



SU VE SAĞLIK

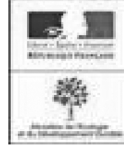
**“Halk Sağlığının Korunmasına Yönelik Su Alanındaki
Mevzuatın Uyumlaştırılması ve Uygulanmasında
Sağlık Bakanlığının Güçlendirilmesi” Eşleştirme Projesi**

TR 04-IB-EN- 04

*Twinning Project for Strengthening the Ministry of Health to
Harmonise and Implement Legislation in the Field of Water for
Public Health Protection*

**“İnsani Tüketim Amaçlı Sulardan Numune Alımı,
Taşınması ve Analizlerine İlişkin El Kitabı”**

Ankara
2008



SU VE SAĞLIK

**“İnsani Tüketim Amaçlı Sulardan Numune Alımı,
Taşınması ve Analizlerine İlişkin El Kitabı”**

**Ankara
2008**

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	XV
1. BÖLÜM	1
GİRİŞ 1	
1. SUDAN KAYNAKLANAN RİSKLER.....	2
2. İNSANİ TÜKETİM AMAÇLI SULARDA DİKKATE ALINMASI GEREKEN RİSKLER.....	2
2. BÖLÜM.....	5
NUMUNE ALIMI	5
1. NUMUNE ALIMININ ÖNEMİ	5
1.1. Analizlerin Amaçları.....	5
1.2. Numune Alımı.....	5
1.3. Numunelere Sahada Yapılması Gereken İşlemler	7
1.4. Numune Alım Yerleri	7
1.5. Şişeleme nin Önemi.....	8
1.6. Numunelerin Saklanması	8
1.7. Numunelere Yerinde Yapılan İşlem.....	9
1.8. Yerinde Yapılması Zorunlu Olan Analizler	10
1.9. Sonuç	10
2. MİKROBİYOLOJİK NUMUNE.....	10
2.1. Neden İyi Bir Numune Alma?	10
2.2. İyi bir numune alımının önemi	11
2.3. Su Numuneleri Alma İşlemlerine İlişkin Tavsiyeler	11
2.3.1. Numune Alan Kişi	11
2.3.2. Numune Alma.....	12
2.3.3. Numunelerin Taşınması.....	14
2.3.4. Şişelerin Laboratuvarda Teslim Alınması	14
2.3.5. Numunelerin Laboratuvarda İşlenmesi.....	14
3. KİMYA İÇİN NUMUNE ALIMI.....	15
3.1. Numune Alımının Önemi.....	15
3.2. Uygun Numune Alımının Faydası	15
3.3. Su Numunesi Alım İşlemi ile İlgili Öneriler	16
3.3.1. Numuneyi Alan Kişi.....	16
3.3.2. Numune Alımı.....	16
3.3.3. Yerinde Yapılan Ölçümler	17
3.3.4. Kimyasal Analizi Yapılacak Numunelerin Muhafaza Edilmesi	21
3.3.5. Numunelerin Taşınması.....	22
3.3.6. Numunelerin Laboratuvara Kabulü	22
3.3.7. Numunelere Laboratuvarda Yapılan Muamele.....	23
3.3.8. Sahada Yapılan Çalışmaların Garanti Teminatı	23
3. BÖLÜM.....	25
MİKROBİYOLOJİK ANALİZ	25
1. SUDA YAŞAYAN PATOJENLERE İLİŞKİN BİLGİLER.....	25
2. 22°C ve 37°C’de üreyebilen mikroorganizmaların sayımı; Agarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)	27
2.1. Amaç.....	27
2.2. Kapsam	28

2.3.	Standartlar.....	28
2.4.	Prensip.....	28
2.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	28
2.6.	Analizin Maliyeti.....	31
3.	FEKAL RİSK GÖSTERGELERİ OLAN BAKTERİLERİN ARAŞTIRILMASI	31
3.1.	<i>Escherichia coli</i> ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı – Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)	31
3.1.1.	Amaç.....	31
3.1.2.	Kapsam	31
3.1.3.	Standartlar.....	31
3.1.4.	Prensip.....	31
3.1.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	32
3.1.6.	Analizin Maliyeti.....	36
3.2.	Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899–2).....	36
3.2.1.	Amaç.....	36
3.2.2.	Kapsam	36
3.2.3.	Standartlar.....	36
3.2.4.	Prensip.....	37
3.2.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	37
3.2.6.	Analizin Maliyeti.....	40
3.3.	Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (<i>Clostridia</i>) sporlarının araştırılması ve sayımı-Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461–2)	40
3.3.1.	Amaç.....	40
3.3.2.	Kapsam	40
3.3.3.	Standartlar.....	40
3.3.4.	Prensip.....	41
3.3.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	41
3.3.6.	Analizin Maliyeti.....	44
4.	PATOJEN ETKEN ARAŞTIRMASI	44
4.1.	<i>Salmonella</i> Araştırması (TS ISO 6340).....	44
4.1.1.	Amaç.....	44
4.1.2.	Kapsam	45
4.1.3.	Standartlar.....	45
4.1.4.	Prensip.....	45
4.1.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	46
4.1.6.	Analizin Maliyeti.....	51
4.2.	Membran Filtreleme Yöntemi İle <i>Pseudomonas aeruginosa</i> Tayini Ve Sayımı (TS EN 12780)	51
4.2.1.	Amaç.....	51
4.2.2.	Kapsam	51
4.2.3.	Standartlar.....	51
4.2.4.	Prensip.....	51
4.2.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	52
4.2.6.	Analizin Maliyeti.....	56
4.3.	<i>Cryptosporidium</i> Ookistleri ve <i>Giardia</i> Kistleri Araştırması Ve Sayımı.....	56
4.3.1.	Amaç.....	56

4.3.2.	Kapsam	56
4.3.3	Standartlar	56
4.3.4	Prensip	56
4.3.5.	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	57
4.3.6	Analizin maliyeti	65
4.4	Enterovirüslerin Araştırılması	65
4.4.1.	Amaç	65
4.4.2.	Kapsam	65
4.4.3	Standartlar	65
4.4.4	Prensip	65
4.4.5	Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	66
4.4.6.	Analizin maliyeti	73
4.5	<i>Legionella spp</i> ve <i>Legionella pneumophila</i> 'ların Araştırılması ve Sayımı	73
4.5.1.	Amaç	73
4.5.2.	Kapsam	73
4.5.3.	Standart	75
4.5.4	Prensip	75
4.6	Patojen stafilokok araştırması ve sayımı; membran filtreleme yöntemi (XP T 90-412 ve NF T 90-421)	75
4.6.1.	Amaç	75
4.6.2.	Kapsam	76
4.6.3.	Standartlar	76
4.6.4.	Prensip	76
4.6.5	Kalite uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	76
4.6.6	Analizin Maliyeti	80
4. BÖLÜM	81
KİMYA ANALİZLERİ	81
Alt Bölüm 1	81
GENEL PARAMETRELER ANALİZİ	81
1.1	Çözünmüş florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının sıvı iyon kromatografisi ile tayini (TS ISO 10304-1: Az kirlenmiş sular için metot)	81
1.1.1.	Amaç	81
1.1.2.	Kapsam	81
1.1.3.	Standartlar	81
1.1.4.	Prensip	81
1.1.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	83
1.1.6.	Analiz Maliyeti	85
1.2.	Amonyum Tayini	85
1.2.1.	Amaç	85
1.2.2.	Kapsam	85
1.2.3.	Standartlar	85
1.2.5	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	86
1.2.6.	Analiz Maliyeti	88
1.3.	Nitrit Tayini	88
1.3.1.	Amaç	88
1.3.2.	Kapsam	89

1.3.3.	Standartlar	89
1.3.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	90
1.3.6.	Analiz Maliyeti	92
1.4.	İyon Kromatografi ile Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} Tayini	92
1.4.1.	Amaç	92
1.4.2.	Kapsam	92
1.4.3.	Standartlar	92
1.4.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	94
1.4.6.	Analiz Maliyeti	95
1.5.	Klorür Tayini	95
1.5.1.	Amaç	96
1.5.2.	Kapsam	96
1.5.3.	Standartlar	96
1.5.4.	Prensip	96
1.5.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	97
1.4.6.	Analiz Maliyeti	99
1.6.	Suda Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini	99
1.6.1.	Amaç	99
1.6.2.	Kapsam	99
1.6.3.	Standartlar	100
1.6.4.	Prensip	100
1.6.5.	<i>Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ</i>	101
1.6.6.	Analiz Maliyeti	106
1.7.	Sularda Bulunan Permanganat İndeksi	106
1.7.1.	Amaç	106
1.7.2.	Kapsam	106
1.7.3.	Standartlar	106
1.7.4.	Prensip	106
1.7.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	107
1.7.6.	Analiz Maliyeti	109
1.8.	Sudaki Toplam Alkalinit ve Bileşenleri İçin Uygulanan Potansiyometrik Yöntem	109
1.8.1.	Amaç	109
1.8.2.	Kapsam	109
1.8.3.	Standartlar	110
1.8.4.	Prensip	110
1.8.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	111
1.8.6.	Analiz Maliyeti	114
1.9.	Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ , K^+ Katyonlarının Tayin Edilmesi için Diğer Metotlar	114
1.10.	Bulanıklık Saptaması	115
1.10.1.	Amaç	115
1.10.2.	Kapsam	116
1.10.3.	Standartlar	116
1.10.4.	Prensip	116
1.10.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	116
1.10.6.	Analiz Maliyeti	118

1.11. İletkenliğin Saptanması	118
1.11.1. Amaç.....	118
1.11.2. Kapsam	118
1.11.3. Standartlar.....	118
1.11.4 Prensip	118
1.11.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	120
1.11.6. Analiz Maliyeti	122
1.12. pH Tayini	122
1.12.1. Amaç.....	122
1.12.2. Kapsam	122
1.12.3. Standart	122
1.12.4. Prensip.....	122
1.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	123
1.12.6. Analiz Maliyeti	125
1.13. Analizlerin Doğrulanması.....	125
ALT BÖLÜM 2.....	128
İNORGANİK KİMYASAL ANALİZLER	128
2.1. GİRİŞ	128
2.1.1. Metal Analizinin Genel Koşulları.....	128
2.1.2. Metal analizinden önce numunenin ön işlemi.....	128
2.1.3. Siyanür Analizi İçin Numunelerin Ön İşlemi	129
2.1.4. Dezenfeksiyon Alt Ürünlerini Uzaklaştırmak İçin Numuneye Uygulanan Ön İşlemler	129
2.2. METALİK ELEMENTLERİN ANALİZİ İÇİN YÖNTEMLER	130
2.2.1. Dört Atom Emilimli Spektrometresi	130
2.2.2. Alevde Atomik Emilim Spektrometresi	131
2.2.3. Hidrür Çözeltide Soğuk Buhar Üretimi	132
2.2.4. Atomik Floresan Spektrometresi.....	132
ICP: EN ISO 11885	132
ICP MS: EN ISO 17294-1.....	134
Spektrofotometrik Analiz Yönetemleri	136
2.3. Al: ALÜMİNYUM	137
2.3.1. Amaç.....	137
2.3.2. Kapsam	137
2.3.3. Standartlar.....	137
2.3.4. Prensip.....	138
2.3.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	138
2.3.6. Analiz Maliyeti	140
2.4. Sb: ANTIMON	140
2.4.1. Amaç.....	140
2.4.2. Kapsam	141
2.4.3. Standartlar.....	141
2.4.4. Prensip.....	141
2.4.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	141
2.4.6. Analiz Maliyeti	143
2.5. As: ARSENİK	144
2.5.1. Amaç.....	144

2.5.2.	Kapsam	144
2.5.3.	Standartlar	144
2.5.4.	Prensip	144
2.5.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	145
2.5.6.	Analiz Maliyeti	147
2.6.	Ba: BARYUM	147
2.6.1.	Amaç	147
2.6.2.	Kapsam	147
2.6.3.	Standartlar	147
2.6.4.	Prensip	147
2.6.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	148
2.6.6.	Analiz Maliyeti	150
2.7.	B: BOR	150
2.7.1.	Amaç	150
2.7.2.	Kapsam	150
2.7.3.	Standartlar	150
2.7.4.	Prensip	150
2.7.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	151
2.7.6.	Analiz Maliyeti	153
2.8.	Cd: KADMİYUM	153
2.8.1.	Amaç	153
2.8.2.	Kapsam	153
2.8.3.	Standartlar	153
2.8.4.	Prensip	154
2.8.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	154
2.8.6.	Analiz Maliyeti	156
2.9.	Cr: KROM	156
2.9.1.	Amaç	156
2.9.2.	Kapsam	156
2.9.3.	Standartlar	157
2.9.4.	Prensip	157
2.9.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	157
2.9.6.	Analiz Maliyeti	159
2.10.	Cu: BAKIR	159
2.10.1.	Amaç	159
2.10.2.	Kapsam	160
2.10.3.	Standartlar	160
2.10.4.	Prensip	160
2.10.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	161
2.10.6.	Analiz Maliyeti	163
2.11.	Fe: Demir	163
2.11.1.	Amaç	163
2.11.2.	Kapsam	163
2.11.3.	Standartlar	163
2.11.4.	Prensip	163
2.11.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	164
2.11.6.	Analiz Maliyeti	166

2.12. Mn: MANGAN	166
2.12.1. Amaç.....	166
2.12.2. Kapsam	166
2.12.3. Standartlar.....	166
2.12.4. Prensip.....	166
2.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	167
2.12.6. Analiz Maliyeti	169
2.13. Hg: CİVA.....	169
2.13.1. Amaç.....	169
2.13.2. Kapsam	169
2.13.3. Standartlar.....	169
2.13.3. Prensip.....	170
2.13.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	172
2.13.6. Analiz Maliyeti	173
2.14. Ni: NİKEL.....	173
2.14.1. Amaç.....	173
2.14.2. Kapsam	174
2.14.3. Standartlar.....	174
2.14.4. Prensip.....	174
2.14.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	175
2.14.6. Analiz Maliyeti	177
2.15. Pb: KURŞUN.....	177
2.15.1. Amaç.....	177
2.15.2. Kapsam	177
2.15.3. Standartlar.....	178
2.15.4. Prensip.....	178
2.15.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	178
2.15.6. Analiz Maliyeti	180
2.16. Se: SELENYUM.....	180
2.16.1. Amaç.....	180
2.16.2. Kapsam	180
2.16.3. Standartlar.....	181
2.16.4. Prensip.....	181
2.16.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	181
2.16.6. Analiz Maliyeti	183
2.17. Zn: ÇİNKO	184
2.17.1. Amaç.....	184
2.17.2. Kapsam	184
2.17.3. Standartlar.....	184
2.17.4. Prensip.....	184
2.16.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	185
2.17.6. Analiz Maliyeti	187
2.18. CN: TOPLAM SİYANÜR	187
2.18.1. Amaç.....	187
2.18.2. Kapsam	187
2.18.3. Standartlar.....	187
2.18.4. Prensip.....	188

2.18.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	189
2.18.6.	Analiz Maliyeti	191
2.19.	BrO ₃ ⁻ / ClO ₂ ³⁻ : BROMAT VE Klorit	191
2.19.1.	Amaç.....	191
2.19.2.	Kapsam	191
2.19.3.	Standartlar.....	192
2.19.4.	Prensip.....	192
2.19.5.	Kalite Yöntemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	193
2.19.6.	Analiz Maliyeti	195
2.20.	F: FLORÜR TAYİNİ	195
2.20.1.	Amaç.....	195
2.20.2.	Kapsam	195
2.20.3.	Standartlar.....	195
2.20.4.	Prensip.....	196
2.20.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	196
2.20.6.	Analiz Maliyeti	198
ALT BÖLÜM 3.....		199
ORGANİK KİMYA ANALİZLERİ		199
3.1.	PESTİSİT KALINTILARINA İLİŞKİN GENEL DEĞERLENDİRMELER	199
3.2.	BENZEN.....	199
3.2.1.	Amaç.....	200
3.2.2.	Kapsam	200
3.2.3.	Standartlar.....	200
3.2.4.	Prensip.....	200
3.2.5.	Yöntemin İşleyişi.....	202
3.2.6.	Analiz Maliyeti	204
3.3.	BENZEN.....	204
3.3.1.	Amaç.....	204
3.3.2.	Kapsam	205
3.3.3.	Standartlar.....	205
3.3.4.	Prensip.....	205
3.3.5.	Yöntemin İşleyişi.....	206
3.3.6.	Analiz Maliyeti	208
3.4.	YÜKSEK DERECEDE UÇUCU HALOJENLİ HİDROKARBONLARIN TAYİNİ	208
	(Gaz kromatografisi metodu ISO 10301 / TS 9266: Headspace Gaz Kromatografisi Metodu).....	208
3.4.1.	Amaç.....	208
3.4.2.	Kapsam	208
3.4.3.	Standartlar.....	209
3.4.4.	Prensip.....	209
3.4.5.	Yöntemin İşleyişi.....	211
3.4.6.	Analiz Maliyeti	214
3.5.	HİDROKARBON TAYİNİ	214
3.5.1.	Amaç.....	214
3.5.2.	Kapsam	214
3.5.3.	Standartlar.....	214
3.5.4.	Prensip.....	214

3.5.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	215
3.5.6.	Analiz Maliyeti	218
3.6.	ORGANOKLORLU PESTİSİTLER	218
3.6.1.	Amaç.....	218
3.6.2.	Kapsam	218
3.6.3.	Standartlar.....	218
3.6.4.	Prensip.....	218
3.6.5.	Yöntemin İşleyişi.....	219
3.6.6.	Analiz Maliyeti	222
3.7.	ORGANOFOSFORLU PESTİSİTLER	222
3.7.1.	Amaç.....	222
3.7.2.	Kapsam	222
3.7.3.	Standartlar.....	222
3.7.4.	Prensip.....	222
3.7.5.	Yöntemin İşleyişi.....	224
3.7.6.	Analiz Maliyeti	226
3.8.	BENTAZONLAR VE HİDROKSİBENZONİTRİLLERİ İÇEREN SEÇİLMİŞ FENOKSİALKANOİK HERBİSİTLERİN KATI FAZ ÖZÜTLEME VE TÜREVLENDİRİLMESİNDEN SONRA GAZ KROMATOĞRAFİSİ VE KÜTLE SPEKTROMETRESİ KULLANILARAK TAYİNİ.....	226
3.8.1.	Amaç.....	226
3.8.2.	Kapsam	227
3.8.3.	Standartlar.....	227
3.8.4.	Prensip.....	227
3.8.5.	Yöntemin İşleyişi.....	228
3.8.6.	Analiz Maliyeti	230
3.9.	KATI – SIVI EKSTRAKSİYON İŞLEMİNİN UYGULANDIĞI UV DEDEKTÖRLÜ YÜKSEK PERFORMANS SIVI KROMATOĞRAFİK METOT	230
3.9.1.	Amaç.....	230
3.9.2.	Kapsam	231
3.9.3.	Standartlar.....	231
3.9.4.	Prensip.....	231
3.9.5.	Yöntemin İşleyişi.....	232
3.9.6.	Analiz Maliyeti	234
3.10.	EPİKLORHİDRİNİN TAYİNİ	234
3.10.1.	Amaç.....	234
3.10.2.	Kapsam	234
3.10.3.	Standartlar.....	235
3.10.4.	Prensip.....	235
3.10.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	236
3.10.6.	Analiz Maliyeti	238
3.11.	MİKROSİSTİNLERİN TAYİNİ	238
3.11.1.	Amaç.....	238
3.11.2.	Kapsam	238
3.11.3.	Standartlar.....	239
3.11.4.	Prensip.....	239
2.6.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	240

2.6.6. Analiz Maliyeti	242
3.3.12. POLİSİKLIK AROMATİK HİDROKARBON	242
3.12.1. Amaç.....	242
3.12.2. Kapsam	243
3.12.3. Standartlar.....	243
3.12.4. Prensip.....	243
3.12.5. Yöntemin İşleyişi.....	244
3.12.6. Analiz Maliyeti	246
3.13. AKRİLAMİT TAYİNİ	246
3.13.1. Amaç.....	247
3.13.2. Kapsam	247
3.13.3. Standartlar: Bir standart yoktur.	247
3.13.4. Prensip.....	247
3.13.5. Analiz Maliyeti	247
ALT BÖLÜM 4	249
HAM SULARA İLİŞKİN SPESİFİK PARAMETRELER	249
4.1. ANYONİK YÜZEY AJANLARININ MİKTARLARININ AYARLANMASI	249
4.1.1 Amaç.....	249
4.1.2 Kapsam.....	249
4.1.3 Standartlar	249
4.1.4 Prensip	249
4.1.5 Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	251
4.1.6. Analiz Maliyeti	254
4.2. KJELDHAL AZOTU TAYİNİ	254
4.2.1. Amaç.....	254
4.2.3. Standartlar.....	254
4.2.4. Prensip.....	254
4.2.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	255
4.2.6. Analiz Maliyeti	258
4.3. BİYOKİMSAYAL OKSİJEN İHTİYACI (DBO).....	258
4.3.1. Amaç.....	258
4.3.2. Kapsam	258
4.3.3. Standartlar.....	258
4.3.4. Prensip.....	258
4.3.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	259
4.3.6. Analiz Maliyeti	262
4.4. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (COD).....	262
4.4.1. Amaç.....	262
4.4.2.Kapsam	262
4.4.3. Standartlar.....	262
4.4.4. Prensip.....	262
4.4.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	264
4.4.6. Analiz Maliyeti	268
4.5. SÜSPANSİYONDAKİ MADDELERİN TAYİNİ	268
4.5.1. Amaç.....	268
4.5.2. Kapsam	268
4.5.3. Standartlar.....	268

4.5.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	269
4.5.6.	Analiz Maliyeti	272
4.6.	FENOL İNDEKSİNİN TAYİNİ	272
4.6.1.	Amaç.....	272
4.6.2.	Kapsam	272
4.6.3.	Standartlar.....	272
4.6.4.	Prensip.....	273
4.6.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	274
4.6.6.	Analiz Maliyeti	275
4.7.	TAM FOSFOR TAYİNİ.....	275
4.7.1.	Amaç.....	275
4.7.2.	Kapsam	275
4.7.3.	Standartlar.....	276
4.7.4.	Prensip.....	276
4.7.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	278
4.7.6.	Analiz Maliyeti	281
4.8.	ORTOFOSFATLARIN TAYİNİ.....	281
4.8.1.	Amaç.....	281
4.8.2.	Kapsam	281
4.8.3.	Standartlar.....	281
4.8.4.	Prensip.....	281
4.8.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	283
4.8.6.	Analiz Maliyeti	285
4.9.	SİLİS	285
4.9.1.	Analiz Maliyeti	285
4.10.	Zn: Çinko	285
5.	BÖLÜM.....	287
	KALİTE UYGULAMASI / AKREDİTASYON	287
1.	NEDEN	287
2.	ÖNEM	287
3.	TS EN ISO 17025 STANDARDININ ŞARTLARI	289
3.1.	Yönetime İlişkin Şartlar.....	289
3.2.	Teknik Şartlar	294
3.2.1.	Yerleşim ve Çevre Şartları	294
3.2.2.	Cihazlara İlişkin Tavsiyeler	295
3.2.3.	Kullanılan Malzeme ve Reaktiflere İlişkin Tavsiyeler	298
3.2.4.	Yöntem (Metod) Talimatları.....	299
4.	KALİTE GÜVENCESİNİN MALİYETİ.....	300
	BİBLİYOGRAFYA	311

ÖNSÖZ

Halk Sağlığının Korunması Amacıyla Su Alanındaki Mevzuatın Uyumlaştırılması ve Uygulanması İçin Sağlık Bakanlığı'nın Güçlendirilmesi

Su ve Sağlıkla İlgili 3 AB Direktifinin Uygulanması

TR 04-IB-EN- 04

Bu Proje Avrupa Birliği Katılım Öncesi Ekonomik Programı Tarafından Finanse Edilmiştir.

Projenin Özeti

Eşleştirme Projesi

Eşleştirme projeleri ortak Avrupa mevzuatının tümü olan, "Topluluk Müktesabati"nin yürütülmesi için gerekli olan kurumların yapılanmasında aday ülkelere yardımcı olan araçlardır. Eşleştirme projeleri yoluyla Avrupa Komisyonu, Avrupa Birliği Üye Ülkelerinden gelen uzun dönem bir uzman (Yerleşik Eşleştirme Danışmanı -RTA-) ile kısa dönem uzmanların (STE) kendi uzmanlık ve deneyimlerini, faydalanıcı ülkelerin kurumları ile paylaşarak bu ülkelerin çeşitli konulardaki spesifik Avrupa mevzuatlarını düzgün bir şekilde uygulamalarına yardımcı olunduğu projelerin finansmanı için fon sağlar.

Projenin Amacı

Projenin ana amacı Avrupa Birliğine katılım aşamasında İçme Suyu, Yüzme Suyu ve Mineralli Sular konusunda Türkiye'nin hazırlanmasıdır. Bununla birlikte, Türk Hükümetinin çevre ve halk sağlığı alanındaki yasal, kurumsal, teknik ve yatırım konularındaki mevcut kapasitesinin uyumlaştırılma aşamasında güçlendirilmesini de kapsamaktadır.

Katılım sürecinde, AB Çevre Mevzuatına uyumu sağlama Türkiye'nin karşılaşılabileceği en büyük zorluktan biri olacaktır. Türkiye'nin rolü ve sorumlulukları 2003'deki Katılım ortaklığında, son olarak gözden geçirilen 23 Ocak 2006 Konsey kararı prensiplerinde, önceliklerinde ve Türkiye için Katılım ortaklığı(2006/35/EC) koşulları kapsamında ana kilometre taşları olarak dizilmişlerdir.

Proje süresinde Fransız uzmanlar Türk uzmanlar ile birlikte; Avrupa Birliği müktesabati doğrultusunda ulusal mevzuat taslağının hazırlanması, stratejilerin geliştirilmesi, Avrupa Birliğinin eski (76/160/EEC) ve yeni (2006/7/EC) Yüzme Suları Direktifi, İçme Suları Direktifi (98/83/EC) ve Mineralli Sular Direktifi (80/777/EEC) çerçevesinde öngörmekte olduğu gerekliliklere uyulmasını sağlayıcı faaliyet planlarının, programların uygulanması, yönetmelik, rapor, rehber kitap ve el kitapçıklarının hazırlanması alanlarında çalışmışlardır.

Proje süresince, yukarıda bahsedilen geçen hedeflere ulaşmak için, Eşleştirme Projesi boyunca uluslararası uzmanlık yardımının alındığı çok yönlü bir yaklaşım benimsenmiştir.

Sonuç olarak bu proje, Türkiye'nin AB pazarında daha uygun İnsan Sağlığı Korunması ve çevrenin Su ve Sağlık alanında daha fonksiyonel olmasını yönlendirecektir.

Projeyle elde edilmek istenen temel sonuç ise; Su ve Sağlık alanında İnsan Sağlığı ve Çevrenin daha iyi bir şekilde korunmasının sağlanması ve Türkiye'nin genişlemekte olan AB pazarına daha iyi uyum sağlayarak çalışmalarını yürütmesidir.

Eşleştirme Projesi Ortakları

Türk Tarafı Ortakları: Sağlık Bakanlığı, Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü, Çevre Sağlığı Daire Başkanlığı

Fransız Tarafı Ortakları: Ekoloji ve Sürdürülebilir Kalkınma Bakanlığı, Sağlık ve Dayanışma Bakanlığı, Paris'teki Uluslararası Su Ofisi

3 Direktif

Yüzme Suyu Direktifi 76/160/EEC ve 2006/7/EC

Yüzme sularının kaliteleri ile ilgili olan bu direktiflerin (76/160/EEC ve 2006/7/EC) amacı, insan sağlığının yüzme sularının ve rekreasyonel amaçlı olarak kullanılan suların kontamine olması sonucu ortaya çıkabilecek yan etkilerden korunmasının sağlanmasıdır.

İçme Suyu Direktifi 98/83/EC

İnsani tüketim amaçlı suların kalitesi ile ilgili olan bu direktifin (98/83/EC) amacı insani tüketim amaçlı suların "sağlıklı ve temiz" olduklarının güvence altına alınması böylelikle insan sağlığının söz konusu sularda oluşabilecek kontaminasyonların yan etkilerinden korunabilmesidir. Kamu su dağıtım şebekelerinden verilmekte olan sular ile şişelenmiş sularda uygulanan bir direktiftir.

Mineralli Sular Direktifi 80/777/EEC

Doğal mineralli suların işletimi ve pazarlanması ile ilgili olan bu direktifin amacı (80/777/EC) söz konusu suların pazarda "doğal mineralli su" olarak satılabilmesi için uyması gereken kalite standartları ve ilgili diğer koşulların tanımlanmasıdır. Bu standart ve koşullara göre doğal mineralli sular 98/83/EC direktifindeki tanım içerisine girmese dahi halk sağlığı korunmalıdır.

Mevcut Dökümanın Özeti

Mevcut döküman İçme Suyu numunesi alımı, numunelerin korunması, numunelerin taşınması ve analizlerine ilişkin Türk protokollerinin değerlendirilmesi amacıyla Fransız Kısa Dönem Uzmanları ile Türk tarafı uzmanlarının yapmış oldukları grup çalışmalarının bir ürünüdür.

5 bölümden oluşmaktadır:

İlk bölüm suyla taşınan riskleri,

İkinci bölüm numune alımına ilişkin tavsiyeleri,

Üçüncü bölüm mikrobiyoloji analiz protokollerini,

Dördüncü bölüm kimya analiz protokollerini,

Beşinci bölüm kalite yönetimini kapsamaktadır.

Dökümanın hazırlanmasındaki temel amaç; Sağlık Bakanlığı'na bağlı tüm laboratuvarların benimsedikleri yaklaşımların ve elde ettikleri sonuçların karşılaştırılabilir olması amacıyla ortak bir dökümandan faydalanmalarını ve böylelikle uymaları gereken Normları benimsemelerini sağlamaktır.

Bu döküman hazırlanırken, özellikle metnin gözden geçirilmesi aşamasında eşleştirme projesi ekibine yardımcı olan uzmanlar şunlardır:

Fransız Uzmanlar;

Ms Benedicte WELTE (Eau de Paris), MM Andre-François BOSCHET (RTA), Pr Alain COUTE (MHN Paris, Doğal Tarih Müzesi) Benoit GASSILLOUD (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı), Bernard HUGUES (Nice Laboratuvarı), Roger JEANNOT (BRGM, Coğrafi İzleme Ajansı), Antoine MONTIEL (Eau de Paris), Jean-Francois MUNOZ (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı), Christophe ROSIN (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı)

Türk Uzmanları;

Serdar Alp SUBAŞI (Bil.Uzm.Gıda Müh.), Selma YILDIZ (Kimya Yük.Müh.), Meral YENİOVA (Dr.Kimya Yük.Müh.), Selçuk BODRURLU (Mikrobiyoloji Uzm.) Umut BERBEROĞLU (Mikrobiyoloji Uzm.), Yurdanur ŞENTÜRK (Mikrobiyoloji Uzm.), Sibel ATBAŞ (Bil.Uzm.Kimy.), Tahsin ÇANLI (Dr.Zir.Yük.Müh.) Pınar ÜNAL (Bil.Uzm.Gıda Müh.), Oya POYRAZOĞLU (Zir.Yük.Müh.), Ayşenur ÇULHA (Bil.Uzm.Kimy.), Sevil BAŞPINAR (Dr.Zir.Yük.Müh.).

Söz konusu döküman eşleştirme projesi boyunca hazırlanmış olan 8 dökümandan biridir. Diğer dökümanlar ise şunlardır:

Yüzme Suları alanında: Yüzme Suları Rehber Kitapçığı (Aktivite başlığı; A14, B16, D14) ve Yüzme Sularından numune alımı, saklanması, taşınması ve analizine ilişkin el kitapçığı (Aktivite başlığı; C15).

İçme Suları alanında: İçme Suları Rehber Kitapçığı (Aktivite başlığı; A24), İçme Sularından numune alımı, saklanması, taşınması ve analizine ilişkin el kitapçığı (Aktivite başlığı; C25), Bilgilendirme El Kitabı (Aktivite başlığı; B26), Kalite kazalarının yönetimi rehber kitapçığı (Aktivite başlığı; D23).

Mineralli Sular alanında: Su kaynağının izlenmesi, su kaynağından numune alımı ve analiz metodlarına ilişkin rehber kitapçık (Aktivite başlığı; A34), Şişeleme ve etiketleme yükümlülüklerine ilişkin rehber kitapçık (Aktivite başlığı; A35).

Mevcut metin eşleştirme projesi ekibi tarafından Aralık 2007'de hazırlanmıştır. Bu metnin içeriği Avrupa Birliği'nin resmi pozisyonunu temsil etmez.

1. BÖLÜM

GİRİŞ

Her kullanıma uygun su yoktur. Her kullanıma yönelik olarak uyulması gereken ayrı kriterler veya standartlar mevcuttur.

Bu sebepten dolayı uygulanacak olan standartlar doğrudan söz konusu suyun kullanım alanına bağlı olarak değişmektedir.

Bu standartlar uygulanırken dikkat edilmesi gereken nokta, kullanılan suyun doğrudan ya da dolaylı olarak insan sağlığı açısından herhangi bir risk teşkil etmemesi ve çeşitli hastalıklara yol açmamasıdır.

Bu alandaki yeni yükümlülükler 1992 yılı direktiflerinin oluşturulmasıyla birlikte Dünya Sağlık Örgütü tarafından son derece büyük bir dikkatle göz önünde bulundurulmaya başlanmıştır.

Suyun bir çok farklı kullanım alanı mevcuttur. Bu alanlardan insani tüketim amaçlı sular üzerine yoğunlaşılacak olunursa, bu sular kullanılırken; belli başlı risklerin saptanması ve bu suların yol açtığı kimi risklerin değerlendirilmesi gerekmektedir.

- *İnsani tüketim amaçlı sular;*

Bu suların farklı işlemler aracılığıyla tüketicilerin evlerine kadar dağıtıldığını hatırlatmalıyız: halk dağıtım şebekeleri, rezervuarlar, özel dağıtım şebekeleri.

Bu suyun kullanımları elbette ki tüketimi kapsamaktadır: içecek, yiyeceklerin hazırlanması ve vücut temizliği.

Eğer kullanımlar için sadece suyun yutulması riskinin dikkate alınması gerekiyor ise, aynı şey inhalasyon ve suyla temas risklerinin dikkate alınmasını gerektiren vücut temizliğine yönelik kullanım için geçerli değildir.

Bu sular üretim noktasından tüketicilerin evlerine kadar taşındıklarından, bu taşıma esnasında bozulmamakla beraber, taşıma ve stoklama çalışmalarını da bozmamalıdır.

- *Şişelenmiş mineral suları ve kaynak suları;*

Kullanımları içme ve istisnai olarak yiyeceklerin yıkanmasını kapsamaktadır. Sadece suyun yutulması riskleri dikkate alınmalıdır. Buna karşın, bu sular şişelerde satıldıkları için, stoklama esnasında kalitelerinin bozulmaması gerekir: bakteri üremesi, sabit olmayan element karışımı gibi. Bu sebepten dolayı, sabit olmayan elementlerin eliminasyonunu sağladıkları için, sadece filtreleme işlemlerine izin verilmektedir.

1. SUDAN KAYNAKLANAN RİSKLER

Bu tür riskler, sudan kaynaklanması söz konusu olabilecek bir tehlikeyle karşı karşıya kalma olasılığından gelmektedir; tehlikenin insan üzerindeki etkisi ne kadar büyük olursa risk de o kadar büyük olur: son derece ağır hastalıkların oluşması, iyileştirilmesi zor hastalıkların oluşması, ciddi travmalara sebebiyet vermesi söz konusu olabilir.

Riskler şunlar olabilir:

- Fiziksel riskler : Sıcaklık, radyasyona maruz kalma...
- Kimyasal riskler : toksik mineraller, organik maddeler, toksinler...
- Mikrobiyolojik riskler : patojenler: virüsler, bakteriler, parazitler ...

Tüm bu risklerle ilgili olarak dikkate alınması gereken nokta risklerin önemlerine göre bir sıralamaya sokulmalarıdır, böylelikle konuya rahatça odaklanılarak gerek su kalitesinin yönetiminin daha iyi bir şekilde yapılması sağlanabilir gerekse de su kalitesi açısından tehdit oluşturabilecek kritik öğeler saptanabilir..

Dolayısıyla riskleri aşağıdaki şekilde ayırabiliriz:

- ✓ **Kısa vadeli riskler** sadece tek bir "bardak" lık miktara denk gelen ölçüde su yutulması veya suyla tek bir defa temas edilmesinden kaynaklanan risklerdir.

Dolayısıyla, bu risklere karşı korumanın 24/24 saat ve 365/365 gün aralıksız sürdürülmesi gerektiğinin hatırlatılması gerekli değildir.

- ✓ **Orta vadeli riskler**, aylarca, hatta bir yıl veya daha uzun süre defalarca suyun tüketilmesini veya suyla teması gerektirmektedir.
- ✓ **Uzun vadeli riskler** ise, çok uzun süreler suyun tüketilmesini gerektirmektedir.

2. İNSANİ TÜKETİM AMAÇLI SULARDA DİKKATE ALINMASI GEREKEN RİSKLER

İnsani tüketim amaçlı su içme, besinlerin hazırlanması, gıda sanayi için ama aynı zamanda da vücut temizliği gibi diğer evsel ihtiyaçlar için kullanılmaktadır.

- **Kısa vadeli risk** ya mikrobiyolojik riskleri ya kimyasal riskleri ya da fiziki riskleri içermektedir.

Fiziki risklerle ilgili olarak, evlere dağıtılan sıcak suyun sıcaklığı dışında, başka kısa vadeli risk yoktur.

Sıcaklık riski, özellikle kollektif sıcak su şebekelerindeki *Legionella* türlerinin üreme riskinin sınırlandırılması için, kazan çıkışı sıcaklığı 55-60°C'ye yükseltildiğinde önem arz etmektedir.

Bu kısa vadeli riskin sınırlandırılmasının tek yolu farklı kullanım noktalarına dereceyi en fazla 42 °C sıcaklıkta sınırlayan termostatik muslukların takılmasının zorunlu kılınması olmuştur.

Kısa vadeli kimyasal riskler çok nadirdir ve çok özel vakaları kapsamaktadırlar.

Bunlar, saldırı olması halinde dikkate alınan şebekelerdeki istemli kontaminasyonlar veya suların geri dönüşüyle kazara meydana gelen kontaminasyonlardır. Burada tek önleme yöntemi bir parçanın yerleştirilmesi zorunluluğu, yani ikili konektörlerin veya geri dönüşü engelleyici subapların monte edilmesidir.

Bu düzenlemelerin özel bir dağıtım şebekesinin halk dağıtım şebekesini kontamine etmelerini engelledikleri ancak başka bir şebeke tarafından kontamine olmasını engellemediği belirtilmelidir.

Nikel veya siyanobakteri kaynaklı olan deri-toksini gibi deri allerjisine neden olan madde içeren suyla temas anındaki allerjiler unutulmamalıdır.

Mikrobiyolojik kökenli kısa vadeli risk mutlak suretle en önemlisi ve en endişe verici olan risktir. Bu risk 24/24 saat ve 365/365 gün kontrol altında olmalıdır.

Suyun mikrobiyolojik kalite güvencesi sürekli olarak sağlanmalıdır. Kontrol çok sık aralıklarla hatta sürekli yapılmalıdır.

Bu kontrol ya doğrudan patojenlerin araştırılması ki bu çok nadirdir ve çoğu vakada da imkansızdır, ya da fekal kontaminasyon göstergelerinin ve arıtma etkinliği göstergeleri araştırılmasıyla ya da uygulanan arıtmaların etkinliğini gösteren fiziko-kimyasal göstergelerle elde edilebilmektedir: suyun temizliğinin güvencesi olarak bulanıklık, pH, amonyum içeriği

- **Orta vadeli risk** artık mikrobiyolojik riskle ilgili olmayıp, özellikle bazı zehirli kimyasalları kapsamaktadır.

Bunlar florür, nitrat ve nitrit iyonları ve kurşundur. Bu elementler özellikle küçük yaştaki çocukları ilgilendirmektedir.

Uzun vadeli risk uzun yıllar boyunca suyun yutulması ile ortaya çıkmaktadır. Bunlar ya fiziki risklerdir: radyo elementler gibi, ya da mineral veya organik toksinlerdir: zehirli metaller, pestisitler, aromatik polisiklik hidrokarbonlar, halojenli organo eriticilerdir.

Uzun vadeli riskler, suyun oksit indirgeme veya dezenfeksiyon işlemleri ile arıtılmasından kaynaklanan bazı toksinlerden kaynaklanır. Bunlar klor, klor dioksit, ozon, kök oksidasyonu, orta basınçta civa lambası ile UV ışınlanması.

Son riskler için, özellikle de suyun dezenfeksiyon ürünleri için, DSÖ gibi Avrupa Birliği de sadece suyun dezenfeksiyonu tehlikede ise dikkate alınabileceklerini belirtmektedir.

Orta ve uzun vadeli riskler için, parametrelerin izlenme sıklığı çok yüksek değildir. Çünkü kısa vadeli uygun olmayan suların tüketimi önemli bir risk teşkil etmemektedir. Riski oluşturan düzenli tüketimdir. Orta vadeli riskler için, ayda bir veya iki ayda bir izleme sıklığı yeterliği olduğu halde uzun vadeli riskler için yılda bir veya iki yılda bir yeterlidir.

Avrupa Birliği küçük kurulumlar için her 5 yılda bir analiz yapılmasını öngörmektedir. Bu riskler için Avrupa Birliği 3, 6 veya 9 yıla bile izin vermiştir.

Dağıtılan sular taşınabilir olmalıdır. Taşıma ve stoklama sırasında sular bozulmamalıdır.

Suda sonradan bakteri ürememeli ve çökelti oluşmamalıdır. Halk ve özel dağıtım şebekelerinden dağıtılan suda çökmeyi sağlayacak metaller ve kalsiyum karbonata olmamalıdır. Ayrıca, organik bileşenler ihtiva eden materyaller, yüksek seviyede organik bileşenler kirliliği oluşturmayacak şekilde üye devletler tarafından seçilmelidir.

Yüksek pH değerlerinde demir ve alüminyum atıkları, kalsiyum karbonat, hidroksit ve magnezyum karışımları dağıtım su şebekesindeki çamurların mikrobiyolojik üreme indüksiyonuna yol açarlar.

Sonradan gerçekleşen bakteri üremesi sağlık risklerinin yanı sıra aşağıda belirtilenler gibi başka riskler de doğurabilir:

- Normal olmayan tatların oluşması;
- Atık paslandırıcıların redükte olması ve her türlü bakteriyostatik etkilerin azalması;
- Nitratların nitritlere indirgenmesi;
- Bakteri korozyonlarının oluşması: sülfat indirgeyen bakteriler, demir bakteriler.

Mikrobiyolojik riskle ilgili olarak, gelecekte git gide daha önemli ve birincil risk olacağı söylenebilir.

Yeni patojenler daha sık akla getirilmeye başlanmıştır: kimyasal biosit işlemlerine hiçbir şekilde duyarlı olmayan *Cryptosporidium*, *Helicobacter pylori*.

Legionella'lar suyun durağan olduğu ve 40 ile 50 °C sıcaklıkta olan sıcak su şebekelerinde gelişmektedirler.

Bütün bu fenomenler göstermiştir ki, suların arıtılmasında, özellikle dezenfeksiyon olmak üzere önemli gelişmeler kaydedilmiş olsa da, asla dikkat elden bırakılmamalıdır ve çok gözlemci ve sürekli gelişim içerisinde olunmalıdır.

2. BÖLÜM

NUMUNE ALIMINI

1. NUMUNE ALIMININ ÖNEMİ

Bir kalite sisteminin güvenilirliği sistemdeki en zayıf halkaya bağlıdır. Suyun kalitesinin sağlanması açısından bu en zayıf halkayı numune alımları oluşturmaktadır.

Gerçekten de en iyi ekipmanların kullanıldığı laboratuvar metodları da dahil olmak üzere, numune alımları sırasında yapılan hataları düzeltebilecek bir laboratuvar metodu mevcut değildir.

Numune alımları sırasında yapılan hatalar, analiz hatalarının %80ini açıklamaktadır ; bu hatalı sonuçlar yanlış yorumlamalara yol açmaktadır.

Su analizi kendi başına bir işlemin sonu değildir, yalnızca karar verilmesine yardımcı olan bir araçtır. Analiz sonrası verilen kararlar hatalı ise, bu hatalar sağlık, ekonomik ve medyatik bağlamda bir çok ciddi sonuç doğurabilir.

Dolayısıyla analizlerin ne amaçla talep edildiklerinin bilinmesi zorunludur.

Numune alımları sırasında bir çok parametre göz önünde bulundurulmalıdır, bunlar :

- Numune alım yeri ;
- Numune alım saati ;
- Numune alım biçimi ;
- Alanda yapılan hazırlık çalışmaları ;
- Alanda yapılan analizler ;
- Seçilen şişenin tipi ;
- Numune olarak alınan su miktarı ;
- Laboratuvara gönderilmeden önce numunelerin saklanma koşulları ;
- Laboratuvara gönderilmeden önce numunelerin saklanma süresi.

1.1. Analizlerin Amaçları

Analizlerin amaçları; sonuçların kantitatif standartlara uygun olmasının sağlanmasıdır.

1.2. Numune Alımı

Bir numune alımı ;

- Herhangi biri tarafından yapılamaz ;
- Herhangi bir zamanda yapılamaz ;
- Herhangi bir şişe kullanılamaz ;
- Herhangi bir miktarda alınamaz.

Bir numune ;

- Herhangi bir yerde saklanamaz ;
- Herhangi bir şekilde saklanamaz ;
- Herhangi bir süre boyunca saklanamaz.

Dağıtımdaki su

Analiz edilecek suyun neyi temsil ettiğini bilmek çok önemlidir. Genel dağıtımdaki suyun analiz edilmesi isteniyorsa kanalizasyondaki durağan suyun tamamen boşatılmasını beklemek gerekir.

Tam tersine, suyun aşındırıcılığını ve bunun suyun kalitesi açısından sonucunun bilinmesi isteniyorsa numune alımı su-kanalizasyon temasından sonra 12 saat veya bazı hallerde yarım saat içerisinde yapılmalı.

Mikrobiyoloji analizi yapmak için bütün numune alımlarında musluklara alev tutulur.

Eğer genel dağıtım şebekesinde küçük canlıların olup olmadığı öğrenilmek istenirse çok güçlü bir tazyike sahip, 60 m³/ saat, yangın söndürme hortumu bu planktonları yakalamak için kullanılır.

Suyun aşındırıcılığı için suyun malzemeyle teması çok önemlidir. Suyun sıcaklığının da önemli bir rolü olduğundan bunun da sistematik olarak not edilmesi gerekir.

Çalışmaların ya da kanalizasyonların dezenfeksiyon kontrolleri için zorunlu sonuçların dışında bazı imkanların ve geçici sonuçların zorunlu olması gerekir.

Önleyici tedbirlerin alınması gerekir:

- arama çalışmalarından önce;
- hijyen ve temizlik konularında yabancı canlıların girmesini önlemek bakımından;
- çalışmalardan sonra ya hava ve su , yada yüksek tazyikli su kullanarak bir durulamayla çıkan kimyasal veya fiziksel temizlik de uygulanabilir;
- durulama, iyi bir sonuç için en az üç kat durulama yapmak gerekir, kimyasal temizliklerde eliminasyon bir iz bulanla takip edilir: fosfat, oksijenli su;

Durulamanın kontrolü; 10 mg/l serbest klor iz bulanla takip edilerek yapılır fakat bilhassa da sudaki bulanıklığın 0,5 NFU 'yu geçip geçmediğini kontrol edilerek yapılır;

- Dezenfeksiyon 10 mg/l serbest klor ile yapılır, 24 saat sonra klor ihtiyacının %25'i geçmemesi gerekir;
- Nihayi durulama suyla yapılır;
- Suyla 24 saatlik bir temastan sonra mikrobiyolojik bir kontrol dezenfeksiyonun etkin olup olmadığını gösterir fakat sahada yapılan analizler: bulanıklıkta artış ve 24 saat sonrasındaki klor ihtiyacı işlemin etkinliği konusunda önemli göstergeler oluşturacaktır.

Sahada yapılan bütün analiz sonuçları analiz raporlarına kaydedilecektir.

Numune alım işleminin analiz edilecek suyun kontaminasyon kaynağında yapılması zorunlu değildir.

Mikrobiyoloji için kullanılan şişelerin steril olması gerekir. Numune alımı yapılacak musluklara alev tutmayı unutmamak gerek. Suyla temas eden bölümleri ellememek gerek.

Kimya için, sahada kullanılan reaktiflerin saf olması gerekir. İhtilaf olması ihtimaline karşın da bir şahit numune saklanması tavsiye edilir. Kirli atmosferlerde numune alım aşamasında olduğu gibi numunelerin taşınmasına da saklanmasına da özellikle dikkat edilmesi gerekir.

1.3. Numunelere Sahada Yapılması Gereken İşlemler

Mikrobiyoloji için biyosid ürünleri nötralize etmek çok önemlidir: kalıntı klor, klor dioksit ve hatta ozon.

Nötralizasyon reaktifleri sterilize edilmeden önce şişelere konulur.

Mineral mikrokirletenler için birçok işlem öngörülebilir: çözülebilenleri çözilemeyenlerden ayırmak için filtrasyon, çökmelerini önlemek için asidifikasyon veya bazı durumlarda hareketliliklerini azaltmak için alkalinizasyon.

Numunelerin filtrasyonuna gelince membrandan gelen parçacıkları gözardı edebilmek için en az 150 mL'lik bir numunenin filtrelenmesi şarttır.

Asitlerle bazlara gelince, bunların da analize uygun bir saflıkta olmaları gerekir.

Bu arada bazı elementlerin analizinin sahada yapılması gerekir: serbest ve total klor, klor dioksit, ozon ve demir.

Oksidan kalıntılarının eliminasyonu sadece mikrobiyolojik analiz bakımından bir gereklilik değildir, bu aynı zamanda oksidantlara bağlı ikincil ürünlerin analizi için de çok önemlidir: klor, ozon, klordioksit.

Dikkat: Oksidanları takip ederken, özellikle de oksidanlara bağlı ikincil reaksiyonlar için, katılacak reaktifler farklı olabilir. Bu yüzden numuneyi alan kişinin yapılacak analizleri bilmesi gerekir.

Dikkat: Bazı reaktifler kendi kendilerine interferans yapabilirler, nitroze bileşenlerde klor tarafından oluşan kloropikrini yok eden kloru nötralize etmek için kullanılan sülfidlerde durum böyledir.

1.4. Numune Alım Yerleri

İçme suyu üretmek için kullanılan yüzey sularında, yüzme sularında numune alım yerinin önemi büyük olabilir. İki farklı kıyıda alınan numune sonuçları aynı olmayacaktır. Genel ku-

ral olarak bir nehir suyunun kalitesi numune alımı için belirlenmiş bir noktadan yapılır: sağ kıyı, sol kıyı, orta yüzey ve orta derin.

Numuneler genel olarak kıyılara 1 metre uzaklıktan ve ya yüzeyin 50 cm altında ya da dibin 50 cm üstünden alınır.

Her durumda, numune, doğrulamak için ölçümü yapılacak maddenin temsil özelliğine sahip olmalı.

1.5. Şişeleme nin Önemi

Şişeleme konusunda dikkat edilmesi gereken 3 faktör:

- Şişenin malzemesi;
- Şişenin kapanış şekli;
- Eğer tekrar kullanılan bir şişe ise, yıkama şekli.

**Malzemenin seçimi.*

Bu seçim için göz önünde bulundurulması gerekenler:

- malzemenin analiz edilecek suyun kalitesi üzerindeki etkisi: kirlilik veya kayıplar;
- analizi yapılacak element: ışığa karşı hassasiyet, yüzeye çekilirlik, hareketlilik;
- fiyat.

Genel olarak seçilenler:

- majör mineral elementlerin analizi için ya polietilen şişe ya da kimya camı kullanılır.
- bor izi bulmak hariç, mineral iz bulan elementlerin analizi için ya polietilen ya da borsilikatlı cam kullanılır;
- iz halindeki organik elementlerin analizi için ya kimya camı ya da metal şişe kullanılır, plastik malzemedeki yapılmış camlar en hidrofob elementleri yüzeye çekmelerinden dolayı kayıplara sebep olabilir
- mikrobiyoloji analizleri için şişelerin steril olmaları gerekir.
- en çok kullanılan malzemeler otoklavda steril edilen tekrar kullanılabilen şişeler veya radyasyonla sterilize edilen tek kullanımlık şişelerdir.

1.6. Numunelerin Saklanması

Burada hedef, numuneleri laboratuvara götürmek üzere saklayabilmek ya da laboratuvar açısından herhangi bir bilgi kaybına uğramadan analizleri programlamaktır.

Analiz sonuçlarının yorumlanması açısından bir risk teşkil etmeyecek şekilde bu numunelerin ne kadar saklanabileceğidir.

Kayıplar ya iç kenarlara çekmeden, ya çökmeden, ya hareketlilikten, ya fiziksel- kimyasal bir değişimden ya da biyo bozunluktan ileri gelebilir.

Yüzeyle çekme ya da çökme- beraber çökme aşağıdakilere bağlıdır:

- analizi yapılacak element ve analiz edilecek suda mevcut olan diğer elementler;
- şişenin kendisi ve bilhassa hammaddesi;
- analizi yapılacak elementin konsantrasyonu;
- stoklama sıcaklığı;
- numunelerin pH değeri;
- saklanacak suyun potansiyel redoksu.

Hareketliliğin bağlı olduğu sebepler ise:

- şişenin kendisi, hammaddesi ve kapanma şekli;
- Analizi yapılacak elemente dikkate alınacak iki etken: pH ve potansiyel redoks.

Bu yüzden numuneleri saklayabilmek için sahada numunelere işlem yapmak çok önemlidir.

1.7. Numunelere Yerinde Yapılan İşlem

Numunelerin yerinde tabi tutulduğu işlemlerin en önemli amacı bazı bilgileri bloke etmektir.

Bu işlemlerle aşağıdaki hususların önlenmesi amaçlanır:

- yüzeyle çekme;
- çökme- beraber çökme;
- bazı mineral türlerinin hareketliliği;
- hidroliz;
- Foto-çürüme;
- Biyo bozunurluk;
- Biyosid etki;
- Bazı oksidanlarla olan ikincil reaksiyonlar: klor, ozon;

Laboratuvarda bulunan analiz sonuçlarının numune alım anındakilerin aynı olması için analizi yapılacak her bir element için bunların dikkate alınması gerekir.

Bu işlemlere rağmen bazı analizlerin süreleri çok kısadır.

Bu süreler aşağıdaki kriterlere bağlıdır:

- Analizi yapılacak element;
- Analizi yapılacak elementin konsantrasyonu;
- Analiz edilecek suyun mineral, organik ve havadaki maddeler bakımından yükü
- pH;
- Stoklama sıcaklığı ve stoklama şartları, bilassa da ışık.

Bazı durumlarda, bütün bu işlemlere rağmen elementin laboratuvarda analizi mümkün değildir.

Hatta yerinde yapılan analiz çok titiz olmasa da laboratuvarda yapılan titiz bir analizden daha iyi sonuçlar verebilir; klor veya çözülmüş oksijen analizinde olduğu gibi.

1.8. Yerinde Yapılması Zorunlu Olan Analizler

hangileridir:

- suyun sıcaklığı;
- koku ve tat;
- pH;
- çözülmüş oksijen;
- biyosidler gibi oksidan kalıntıları;
- serbest karbonik gaz;

bazı ön işlemlerin de sahada yapılması zorunludur:

- Numunelerin asidifikasyonu;
- Numunelerin filtrasyonu;
- Alkalinizasyon;
- kıştırma: örneğin çözülmüş oksijende

Bazı durumlarda bazı analizlere özel çalışmaların da sahada yapılması gerekir.

Suyun aşındırıcılığı ya da iletkenliği, TA ve TAC'si, TH ve bulanıklığı yerinde belirlenmelidir.

1.9. Sonuç

Sonrasında yapılacak analizlerin kalitesi bakımından numune alım işlemi kritik bir aşamadır.

Numuneyi alan kişilerin laboratuvardaki teknisyenlere eşit bir teknik seviyeye sahip olmaları gerekir.

Numuneyi alan kişilerin analizin hangi amaçla istendiğini ve sonrasında hangi parametrelerin analiz edileceğini bilmeleri gerekir.

Bu bilgiler olmadan hata riskleri olabilir.

2. MİKROBİYOLOJİK NUMUNE

2.1. Neden İyi Bir Numune Alma?

Kalite Güvencesine sahip bir laboratuvar analizlerinin kalitelerini garanti altına almak için numune alımlarının düzgün bir şekilde yapıldığını güvence altına almalıdır.

Kötü koşullarda alınmış olan bir numunenin « analizinin iyi yapılması » bir anlam ifade etmez.

Analiz sonuçlarını etkileyen bir çok etken vardır, bunlar: şişenin tipi, numunenin taşınma biçimi ve laboratuvara teslim edilme süresi, vsr...

Laboratuvar yalnızca numune alımında kullanılacak şişeyi kendisi verdiğinde kullanılan şişenin uygunluğundan emin olabilir.

Kullanılacak şişenin cinsi ve hacmine, camdan veya steril plastikten olmasına yapılacak olan analizlere göre karar verilmelidir (örn: virüs 100 L.).

Su zamana ve çevre koşullarına göre değişebilen bir ortamdır, bu koşullar: sıcaklık, güneş, depolama biçimidir. Mikrobiyolojik analizler için alınan numuneler analizden önce soğuk bir yerde muhafaza edilmelidir.

2.2. İyi bir numune alımının önemi

Su numunesi alımı, daha sonrasında laboratuvar tarafından yapılacak su analizlerinin temsili olabilmesi ve geçerli sayılmasını mümkün kılan temel işlemdir.

Numune alımı « belirli bir zamana ait olan » su numunesinin kalitesi hakkında fikir vermektedir.

Belirli bir numune alım noktasından, zaman içerisinde birden çok numune alımı gerçekleştiriliyorsa, buradaki su kalitesinin zaman içerisinde değişimi hakkında bilgi sağlanabilir: daha önceki tarihlerde elde edilen sonuçlar olası mikrobiyolojik kontaminasyon risklerinin saptanmasını mümkün kılar

Bazı parametreler çok özel numune alma yöntemleri gerektirmektedir: *Cryptosporidium* ve *Giardia* araştırması 50 ile 100 litre arasındaki hacimler ile çalışılmasını gerektirmektedir ve genelde alanda kullanılan filtre kartuşları ile filtrelenmektedir.

2.3. Su Numuneleri Alma İşlemlerine İlişkin Tavsiyeler

2.3.1. Numune Alan Kişi

Numuneyi alan kişinin elleri temiz olmalıdır. Numunenin herhangi bir şekilde kontamine olmaması için ellerini ya cilt dezenfektanı ya da dezenfekte edici bir havlu ile temizleyip dezenfekte etmelidir.

Numuneyi alan kişi, numune alma işlemi esnasında, özel bir kıyafet ile numune alma alanında bulunabilecek kişiler arasından ayırt edilebilmelidir

2.3.2. Numune Alma

Numune alma işlemlerinin İzlenebilirliği

Elde edilen bütün şişeler numuneler alınır alınmaz açıkça tanımlanmalıdır.

Numuneyi alan kişi işlemlerin izlenebilirliğini sağlayan ve en azından aşağıdakiler konusunda bilgilendiren bir numune fişi doldurmalıdır:

- Numune alma işleminin tarih ve saati
- Numune Alan Kişinin kimlik Bilgileri
- Numune alınan yerin kesin ve açık bir şekilde tanımlanması
- Numune alınan noktanın kesin ve açık bir şekilde tanımlanması
- Numunenin alındığı noktanın musluk mu yoksa sürekli akan su mu olduğunun belirtilmesi
- Numune alınan noktanın dezenfekte edilmesi (alev, alkol)
- Numune başına alınan numune şişelerinin adedi
- Yerde ölçümler için kullanılan aletlerin referansları (pH, klor)
- Yerde ölçümlerin sonuçları
- Organoleptik sonuçların belirlenmesi (normal veya anormal, yorumları ile beraber)

Numune Alınan Noktanın Dezenfekte Edilmesi

Numune alınan noktayı temizlemek, filtreleri ve eğer mevcut ise fiskiyeleri kaldırmak gerekmektedir. Daha sonra numune alınan noktanın dezenfekte edilmesi gerekmekte ve önerilen yöntem de alev tutulması veya dezenfekte edici bezler kullanılmasıdır (fotoselli musluk halinde veya plastik kuğu boynu olan musluklarda geçerlidir). Aleve tutulmuş ise bu işlemi takiben musluğu açmak ve en az 30 saniye akıtarak soğutmak gerekmektedir. Veya dezenfekte işleminden kalanlardan arındırmak için suyu akıtmak gerekmektedir. Suyun akışını engellemeden numune alma işlemini gerçekleştirin.

Numune fişinin üzerine aleve tutarak mı yoksa dezenfekte bezleri kullanılarak mı işlem yapıldığının mutlaka belirtilmesi gerekmektedir.

Numune Alınan Yer

o Üretimde

Üretimdeki kontrol noktaları sabit noktalardır ve sağlık kuruluşları ve idarecilerin ortak belirlemeleri doğrultusunda belirlenirler. Numune alma noktası genelde suyun sürekli aktığı ve bir borunun veya musluğun bulunduğu bir noktadır.

Numune alan kişinin işini kolaylaştırmak için, her numune alma noktasında kullanımı için bir tanımlama fişinin bulundurulması tercih edilmelidir.

Üretimden şişelemeye kadar her aşamadan numune alınmalıdır.

○ Kaynakta

Kaynaktaki kontrol noktaları sađlık kuruluřları ve idarecilerin yerel özellikler dikkate alınarak ortak belirlemeleri dođrultusunda oluřturulan sabit belirli noktalardır. Numune alma noktası genelde suyun sürekli aktığı ve bir borunun veya musluđun bulunduđu bir noktadır

Numuneyi alan kiřinin iřinin kolaylařtırılması amacıyla, her bir numune alma noktasında kullanımı için bir açıklama fiřinin bulundurulması tercih edilmelidir.

○ řiřelenmiř Su Stoklarında

Stoklama süresinin 12 saatten az olduđu řiřeler için inceleme yapılmalıdır. Numune alınan bařka řiřeler içinde řiřeleme zamanı ve tarihinin belirtilmiř olması gerekmektedir.

Yerinde Ölçümler

Numune alma fiřine yerinde yapılan ölçümlere iliřkin sonuçlara yer verilmeli ve gözlemleri de içermelidir:

- Isı, pH deđeri ve iletkenlik
- Serbest klor ve toplam klor
- Organoleptik niteliksel deđerlendirme
- Kaynaktaki debi veya kaynaklar için kazılar

Numune Alma Yöntemleri

○ Sürekli Akan Bir Sudan Numune Alımı

Suyun içerisinden sürekli aktığı borular kontaminasyona karřı hassastır. Bu nedenden dolayı dıř yüzeyi temizlemek için ateřleme ile dezenfekte etme yöntemi tercih edilir.

Numune steril bir řiřeye tařırmadan alınır – sodyum tiosülfat içerebilir veya içermeyebilir (saf su, iřlenmiř su).

řiřenin hacminin onda birine denk gelecek řekilde hava hacmi bırakılmalıdır.

řiřenin ađzına veya içine parmakların deđmemesine özen gösterilmelidir.

○ Musluktan Numune Alma

Bazı musluk türleri numune alımlarında teknik sorun teřkil etmektedir.

Kuđu boynu řeklindeki plastik musluklar aleve tutma ile dezenfekte iřleminin yapılmasına olanak tanımamaktadır.

Köpükleştiriciler ve fiskiyeler çıkarıldıktan sonra musluk dezenfekte edilir, en az 30 saniye olmak üzere tazyikli su akıtılır ve böylece borular çalkalanmış olur.

Numunenin steril bir şişeye alınır ve taşırılmamaya dikkat edilir. Şişenin hacminin onda birine denk gelecek şekilde hava hacmi bırakılmalıdır.

Şişenin ağzına veya içine parmakların değmemesine özen gösterilmelidir.

2.3.3. Numunelerin Taşınması

Şişelerin mümkün olan en kısa sürede laboratuvara götürülmesi gerekmektedir.

İncelemeyi yapacak olan kurum ile taşımayı gerçekleştirecek kurum arasında azami taşıma süresi üzerinde bir anlaşma sağlanmış olması gerekir.

Numunenin alınması ile inceleme arasındaki azami saklama süresi yürürlükte olan inceleme standartlarına uygun olmalıdır.

Eğer taşıma süresi 4 saatten az ise ısıyı $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 'de muhafaza edebilecek izotermik bir kaptaki şişeler taşınmalıdır.

Eğer taşıma süresi 4 saatten fazla ise, numunenin izotermik kap yerine buzdolabına konulması gerekir.

Eğer taşıma süresi 8 saatten fazla ise, kabın ısı kontrolünün yapılması gerekir.

2.3.4. Şişelerin Laboratuvarda Teslim Alınması

Laboratuvara getirilen numunelerin, laboratuvarın kabuledilebilirlik kriterlerine göre denetlenmesi (şişelerin iyi durumda oldukları, dış görünüşlerinin tatminkar olduğu, alınmış su miktarlarının analizleri yapmaya yeterli düzeyde olduğu, su numunesi sıcaklığının uygun olduğu, vsr...) ve böylelikle bu kriterlere göre laboratuvar tarafından teslim alınmaya uygun olduklarının saptanması gerekmektedir.

Şişeler kabul edilebilirlik kriterlerine uygun değilse, laboratuvar numuneleri teslim almayı kabul etmez, bu durumda laboratuvar numuneyi alan kurum ile temasa geçerek kurumu durumdan haberdar etmelidir.

2.3.5. Numunelerin Laboratuvarda İşlenmesi

İncelemelerin numunenin alındığı gün, azami 24 saat içerisinde en kısa sürede başlatılması gerekmektedir. Bu şartlarda, akabinde numuneler karanlık ortamda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ derecede stoklanır.

3. KİMYA İÇİN NUMUNE ALIMI

3.1. Numune Alımının Önemi

Kalite Güvencesi altındaki bir laboratuvarın, analizlerinin kalitesini garantilemek için, numune alımlarının iyi yapıldığından emin olunmalıdır.

Uygun olmayan koşullarda alınmış bir numune üzerinde, iyi bir analiz yapılsa bile sonuçlar güvenilir değildir. Analiz sonuçlarını etkileyen pek çok faktör vardır: şişenin yapıldığı malzeme, şartlar ve laboratuvara taşıma süreleri vs..

Laboratuvar şişeleri kendi sağlamış ise şişeleme uygunluğu konusunda garanti verebilir.

Numune alınırken alınan numune miktarı, şişenin yapıldığı malzeme, incelenecek parametrelerin sabitliği, kullanılan analitik metodlar ve analizi yapacak olan laboratuvarın iç organizasyonu gibi parametrelere dikkat edilmelidir.

Şişenin yapıldığı malzeme (cam ya da plastik), şişenin steril veya olmaması, yapılacak analize göre uyarlamak gerekir.

Suyun içeriği; sıcaklık, güneş ve muhafaza zaman ve dış etkenlere bağlı olarak değişir.

Bazı numune türlerinin analiz öncesi soğuk ortamda saklanması gerekir, bazılarında ise dış etkenlerden korumak için reaktif ilave etmek gerekir.

3.2. Uygun Numune Alımının Faydası

Numune alımı, sonradan su numunesi üzerinde laboratuvar tarafından yapılacak bütün analizlerin geçerlilik ve temsil özelliği açısından önemlidir.

Numune alımı, suyun kalitesi ile ilgili ön bir fikir verir.

Su numunesi alımı oldukça basit bir işlemmiş gibi görülebilir. Fakat, temsil özelliğine sahip bir numunenin alımı ve analiz anına kadar bütünlüğünün muhafaza edilmesi çok önemlidir.

Temsil özelliğine sahip bir numunenin alımı, sahada ölçüm alan numune alma araçları, numune kapları ve muhafaza malzemeleri, uygulanan numune alım metodlarıyla, taşıma ve stoklama şartlarıyla ilgili özel talimatlar gerektiren kompleks bir işlemdir.

Numune alım planlarının uygulanması, numune alım teknikleri, ıslah, taşıma ve saklama şekilleri için uyulan standartlar aşağıdaki gibidir:

ISO 5667-1/2: Numune alım programlarının oluşturulması ve numune alım teknikleri konusunda genel kılavuz

ISO 5667-3: Su numunelerinin saklanması ve su numunelerine muamele edilmesi konularında kılavuz bilgiler

ISO 5667-4: Doğal ve yapay göllerden numune alımı konusunda kılavuz

ISO 5667-5: İçme suyu, gıda ve içecek endüstrisinde kullanılan su numunesi alımı ile ilgili kılavuz

ISO 5667-6: Nehir ve akarsulardan numune alım ile ilgili kılavuz

ISO 5667-11: Yeraltı sularında numune alım ile ilgili kılavuz

FD T 90 520: Halk Sağlığı Kanununa göre suların sağlık takibini yapmak bakımından numune alım konusunda teknik kılavuz.

Bir numune alım noktasından bir çok numune alınmış ise bu suyun kalitesiyle bir ön bilgi verebilir. Sonuçların izlenebilirliği aynı zamanda olası kimyasal risklerin tanımlanmasına yardımcı olur.

3.3. Su Numunesi Alım İşlemi ile İlgili Öneriler

3.3.1. Numuneyi Alan Kişi

Su numunesini alan kişinin elleri temiz olmalıdır.

Numuneyi alan kişinin, numune alımı esnasında numune alım mahallinde olabilecek insanlardan özel bir tulum, bir gömlek ya da pantolon giyerek ayırt edilebilmelidir.

3.3.2. Numune Alımı

Numune alım işlemlerinin izlenebilirliği

Numune şişeleri numune alımından itibaren açık bir şekilde tanımlanmalıdır.

Numuneyi alan kişi numune alım işlemlerinin ve yerinde yapılan ölçümlerin izlenebilirliğini gösteren bir form doldurmalıdır.

- numune alım tarihi ve saati
- numuneyi alan kişinin kimliği
- numune alım yerinin kesin bilgisi: laboratuvarı tanımlayan kod
- numune alım yeri üzerinde numune alımı yapılan noktanın kesin tanımı
- numune alım noktasının yapısı,
- numune alım şartları: suya yapılan işlem, musluk türü, söküm, numune alım noktasının dezenfeksiyon şekli (alev, alkol)
- numune başına doldurulan numune şişesi
- yerinde yapılan ölçümlerin sonuçları: pH, serbest klor, iletkenlik, sıcaklık, çözülmüş oksijen.
- Organoleptik bulguların sonuçları (açıklamalarıyla birlikte normal veya değil)

Numune alım noktasının hazırlanması

Filtre ve havalandırmaların kaldırılması gerekir. Kanalizasyondan geçen bazı elementlerin ölçümü için (kurşun, bakır, nikel) musluk önceden bir temizliğe tabi tutulmadan açılır. Diğer durumlarda numune alımından önce sistematik temizlik yapılır ki metallerle zenginleşmiş olma ihtimali olan ilk litreler boşaltılır. Numune alım formuna numune alım noktasının alev tutularak mı bezle mi dezenfekte edildiği yazılmalıdır.

Numune alım yeri

o Üretimde

Üretimdeki numune alım noktaları, hijyen otoriteleri tarafından yöneticilerle üretim tesislerinin özellikleri üzerinde yapılan görüşmeler sonucunda tanımlanmış olan sabit noktalardır. Numune alım noktası, genel kural olarak sürekli akan bir hortum ya da bir muslukla donanmıştır.

Numune alan kişinin işini kolaylaştırmak için, her numune alım noktasına ait numune alım formu doldurulmalıdır.

Dolumun her aşamasında numune alınabilmelidir..

o Kaynakta

Kaynakta kontrol noktaları hijyen otoriteleri tarafından yöneticilerle tesislerin yerel özellikleri üzerinde yapılan görüşmeler sonucunda tanımlanmış olan sabit noktalardır. Numune, sürekli akan bir hortum ya da bir musluktan alınmalıdır. Numune alan kişinin işini kolaylaştırmak için, her numune alım noktasına ait numune alım formu doldurulmalıdır.

Şişelenmiş suların muhafazası:

Analizler, muhafaza süresi 12 saatten az olan numuneler ile yapılmalı, bu süre geçmiş ise numunelerin dolum günü ve saati rapor edilerek analiz için numune alınmalıdır.

3.3.3. Yerinde Yapılan Ölçümler

Tavsiye edilen referans metodları: EN ISO 7393-2; EN 27858; ISO 10523; EN 25813; EN 25814; AFNOR FDT 90 520

Numune alım formuna yerinde yapılan bütün ölçümler ve ilgili bulguların not edilmesi gerekir:

- Sıcaklık ve gerekirse pH ve iletkenlik
- Serbest klor ve total klor
- Nitel organoleptik değerlendirme
- Kaynak veya kaynaklar için yapılan sondajların tazyiki.

Genel tavsiyeler

Alınan numunelerin, bazı parametre değerleri çok hızlı bir şekilde değişebileceğinden, fiziksel ve kimyasal özelliklere ilişkin veriler ancak sahada elde edilebilir. Ölçümler laboratuvarında yapılan ölçümlere yakın bir yaklaşımla yürürlükte olan standartlara göre aletlerin takibi, bakımı ve kalibrasyonu, personelin eğitim durumuyla ilgili benzer şartlarda gerçekleştirilir.

Operasyonel şekiller veya teknik prosedürlerin yerinde belirlenen parametrelere göre düzenlenmesi gerekir.

Numuneyi alan kişi, işlemlerin izlenebilirliğini temin eden numune alım formuna sonuçları ve kullanılan malzemenin referanslarını kaydeder. Bu form en az aşağıdaki bilgileri içerecek şekilde hazırlanmalıdır:

- **Sıcaklık** Yerinde, gerekirse pH veya iletkenlik ölçümleriyle bağlantılı olarak ölçüm alınır.
- **pH:** Kararlı olmayan sulara yerinde ölçüm yapılır. Bu ölçüm stabil durumda, ya bir kaptan taşırılarak ya da adapte edilmiş bir ölçüm hücresiyle gerçekleştirilir. Suyun kalkokarbonik dengesinin ölçülmesi gereken durumlarda yerinde pH ölçümü yapılması zorunludur.
- **Klor kalıntısı** (serbest ve/veya total) veya herhangi bir dezenfektan kalıntısı: Ölçüm zorunlu olarak yerinde yapılmalıdır.
- **Nitel organoleptik değerlendirme:** Renk, koku veya tatla ilgili bütün bulgular not edilir.
- **Çözülmüş oksijen:** ya NF EN 25814'e göre oksimetre veya sonda yardımıyla yerinde ölçüm ya da alından su numunesinin yerinde bloke edilip arkasından laboratuvarında NF EN 25813'e göre Winkler metoduyla tayini yapılır.

Yerinde analizlerle ilgili mevcut önemli standartlar.

Geçerli olan standartlarla ilgili yerinde analizlerde kullanılan önemli analiz metodları aşağıdakilerdir:

EN ISO 7393-2: Su kalitesi – serbest ve total klor tayini

EN 27858: Su kalitesi – İletkenlik Tayini

ISO 10523: Su kalitesi – pH Tayini

EN 25813: Su kalitesi – Çözülmüş Oksijen Tayini– Winkler metodu

EN 25814: Su kalitesi – Çözülmüş Oksijen Tayini – Polarografik sondalı metod

FD T 90 520: Halk Sağlığı Yasasını uygulamak için suların hijyen takibi yapımında numune alım teknik kılavuzu

Genel tavsiyeler

pH, sıcaklık, iletkenlik, çözülmüş oksijen, bulanıklık, serbest ve total klor gibi birtakım parametrelerin numune alım sahasında ölçülmesi gerekir. Bu ölçümlerin yerinde ve numune alımından sonra en kısa zamanda gerçekleştirilmesi gerekir.

Bu ölçümler için kullanılan araçların daha önceden laboratuvarında kalibrasyonu yapılmıştır.

Numuneler için doldurulan forma sahada yapılan ölçümlerin sonuçları kaydedilir.

Aşağıdaki bilgilerin kayıtlara geçmesi gerekir:

- Numune alım noktasının yeri
- Numune alımını yapan kişinin kimliği
- Numune alım tarihi ve saati
- Saha ölçümleri: Bu kısım, ölçüm sonuçlarını (birimleri ile birlikte), kullanılan metodu ve malzemeleri içermelidir.

Saha ölçümleri

1. Suyun sıcaklığı:

Sıcaklık ölçümü genellikle pH ölçümü esnasında elektrometrik bir alet yardımıyla gerçekleştirilir.

2. Çözülmüş oksijen:

Kullanılan iki metod vardır:

- Numuneden gaz geçiren selektif bir hücreyle ayrı tutulan bir elektrokimyasal hücre yardımıyla Elektrokimyasal metoda (EN 25814) göre yapılır.

Aparatların çoğu otomatik olarak sıcaklığı ölçer.

Ölçü aparatı: Ölçüm sondası, ölçüm ölçeği, sıcaklık ölçüm sondası. Bunların toplamı bir atmosfer basıncı ölçerle tamamlanabilir.

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

Cihazın kalibrasyon ve bakımı önemlidir.

- **Kimyasal metod** yani Winkler metodu (**EN 25813**)

Bu iyodimetrik bir metottur.

Oksijen sahada yeni çökertilmiş mangan hidroksit ile sabitlendirilmesi gerekir. Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir .

3. İletkenlik (EN 27858):

İletkenlik ölçümü suda iyonlaşmış tuzların yükü hakkında bilgi verir.

Bu elektrik dayanıklılığın tersine tekabül eder.

İletkenlik sıcaklığa göre değişir, referans sıcaklığı 25 °C'dir.

Cihazlar referans sıcaklığıyla karşılaştırma yapabilecek şekilde donatılmıştır.

Cihazın kalibrasyonu ve bakımı önemlidir.

Sonuçlar 25 °C'de $\mu\text{S}/\text{cm}$ olarak ifade edilir.

4. pH (ISO 10523)

pH'in suda bulunan hidrojen iyonları (H^+) konsantrasyonu ile ilgilidir. Sulardaki iyon denge-
sinin taşıma sırasında değişmesinden veya su numunelerinin bir gün fazla şişelerde kalma-
sından dolayı pH'in yerinde belirlenmesi tavsiye edilir.

pH-metre, cam elektrod, doymuş kalomel-KCl'li referans elektrod içeren potansiyometrik
bir alettir.

Cihazın kalibrasyonu ve bakımı önemlidir.

Sonuçlar pH birimleri olarak ifade edilir.

5. Serbest ve toplam klor (EN ISO 7393-2):

Serbest ve toplam klor ölçümü mutlaka sahada yapılmalıdır.

Genelde bu ölçümleri gerçekleştirmek için DPD reaktifiyle birlikte taşınabilir kolorimetre
kullanılır. Kolorimetrenin doğru kalibre edildiğini doğrulamak için kalibrasyonu yapılmış çö-
zeltile kontrol çözeltisi olarak okutulur.

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

Kalite kontrol

Sahada ölçümlerle ilgili en önemli kalite kontrolleri aşağıdaki verilmiştir:

- Numune alan kişilerin kalifiye olması gerekir
- Her numune alımından önce sahada kullanılacak cihazların kalibrasyonu yapılmalıdır.
- Cihazın doğru çalışıp çalışmadığı kontrol çözeltileri ile denetlenir.
- Cihazların bakımı ve takibi her bir cihazın formuna kaydedilir.

Numune alım şekilleri

- Kesintisiz olarak akan bir çubukla numune alımı

Fiziksel ve kimyasal analizler için alınacak numune, mikrobiyolojik parametrelerin tayini için numune alımından sonra yapılır .

Teleskopik bir çubuk kullanılır.

Su numunesi su yüzeyinin yaklaşık 30 cm altından alınır.

- Şişeler doldurulur
- Şişeler kurulanır, etiketlenir, bir kapta soğutulur.
- Saha ölçümleri yapılır ve numune alım formuna kaydedilir.

- Musluktan numune alma

Kanalizasyon sistemine bağlı musluklar durumunda (kurşun, bakır nikel) herhangi bir temizleme işlemi yapmadan musluktan numune alınır.

Diğer fiziksel ve kimyasal kontrollerde numune almadan önce sistematik bir temizleme yapılır:

- Musluk bütün aksesuarlardan arındırılır.
- Musluk açılır ve suyun sabit bir sıcaklık derecesine ulaşması için beklenilir.
- Şişeler doldurulur.
- Şişeler kurulanır, etiketlenir ve soğutulmuş bir kaba konulur.
- Saha ölçümleri yapılır ve numune alım formu tamamlanır.

3.3.4. Kimyasal Analizi Yapılacak Numunelerin Muhafaza Edilmesi

Sular, numune alımı ile analiz arasında geçen sürede hızlı bir şekilde fiziksel (sıcaklık, emilme, yüzeye çekme, buharlaşma), fiziksel-kimyasal (çökme, çözülmüş gazın kaçması) ve biyolojik (oto-arıtma, fiksasyon, fotosentez) değişime uğrayabilir. Bu fenomenleri en aza indirmek için bazı kurallara uymak gerekir. Numune alımında gösterilecek hassasiyet aynı ilkelere dayanır. Bu kurallar numunelerin analiz öncesi iyi bir şekilde saklanmalarına ve genelde işleme tabi tutulması, doğru şekilde şişelenmesi ve karanlıkta, uygun bir sıcaklıkta saklanmalarından ibarettir. Bununla ilgili uygulanacak işlemler aşağıda verilmiştir.

- Şişelerin seçimi
- Numunelerin etiketlenmesi
- Numunelerin soğutulması

- Numunelerin taşınması
- Numunelerin muhafaza edilmesi ve analizlerin gerçekleşmesi arasında geçen süre
- Numuneler, analiz laboratuvarı tarafından teslim alınmasıdır.

Numunelerin laboratuvarında analiz edilmeden önce muhafaza koşulları ve test metodları ISO 5667-3 standartlarında sunulmuştur. Numune şişelerin taşınması sırasında dikkate alınacak standartlar farklıdır. Numune alımıyla ilgili ISO 5667-3 standart dikkate alınır.

Alınacak numune hacmi, içeriği, muhafaza için eklenen reaktifler ve numune alımından analize kadar olan süre ISO 5667-3 standardında tanımlanmıştır.

Tayin edilecek parametrelere göre uyulması gereken şartlar aşağıda verilmiştir.

- Numunelerin sıcaklığı 2° C ile 8°C arasında olan bir sıcaklıkta saklanmalıdır.
- Numuneye 100 mL'e başına 5 mL'e denk gelecek şekilde muhafaza reaktifi ilave edilmelidir.

3.3.5. Numunelerin Taşınması

Numunelerin taşınması sırasında aşağıda verilen koşullara uyulmalıdır:

- *Süre*

Şişeler en hızlı şekilde laboratuvara götürülmelidir.

Numunenin maksimum taşıma süresi konusunda numuneyi almakla yükümlü kuruluş ile analizi yapmakla yükümlü kuruluş arasında işbirliği olmalıdır.

Numunenin alımı ile analiz arasındaki muhafaza süresi, yürürlükte olan standartlara uymalıdır.

- *Sıcaklık:*

Numuneler temiz izotermik kap ile laboratuvara taşınmalıdır.

Şişeler sıcaklığı 5°C± 3°C olan kaplar ile taşınmalıdır.

Numune alımı ile laboratuvara gelişi arasında geçen sürenin 8 saatten az olması halinde izotermik kabın sıcaklığını kontrol etmek zorunlu değildir. 8 saatten fazla olması halinde bu kontrolü yapmak gereklidir.

3.3.6. Numunelerin Laboratuvara Kabulü

Laboratuvara gelen su numuneleri laboratuvara kabul kriterlerine uygun olup olmadıkları kontrol edilmelidir (şişelerin iyi durumda olması, şişelerin dış görünüşü, analiz için gereken miktarın olup olmadığı, su numunesinin sıcaklığı,...).

Şişenin kabul kriterlerine uymaması halinde, numuneyi reddeden laboratuvar numuneyi alan kuruma bildirir.

3.3.7. Numunelere Laboratuvarda Yapılan Muamele

Analizler, numunenin alındığı gün veya 24-48 saat içinde yapılması gerekir. Analiz edilen parametre başına detaylı bilgi almak için analitik standartlar ya da ISO 5667-3 standardına uyulur. Numuneler karanlıkta, $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 'de muhafaza edilir.

3.3.8. Sahada Yapılan Çalışmaların Garanti Teminatı

Sahada kalite teminatı programı, su hijyeninin gözlemlenmesi çerçevesinde toplanan verilerle ilgili belirli bir güven seviyesini elde etmeye yarayan sistematik bir yaklaşımdan oluşur.

Bu amaç için de aşağıdaki genel tavsiyelerin dikkate alınması gerekir:

- Ekipman, cihaz ve aletler temiz ve çalışır durumda olmalıdır.
- Kullanılan cihazların günlük dosyaları tutulmalıdır.
- Sahadaki şartlar herhangi bir tehlikeden uzak olmalıdır.
- Sahadaki personel tarafından standartlaştırılmış metodlar kullanılmalıdır.

3. BÖLÜM

MİKROBİYOLOJİK ANALİZ

1. SUDA YAŞAYAN PATOJENLERE İLİŞKİN BİLGİLER

Özellikle ılıman bölgelerde normalde suda bulunan patojenler yoktur, bunların neredeyse tamamı su tarafından taşınarak gelen patojenlerdir.

Patojenler üzerindeki araştırmalar 1880'den bu yana çok büyük ilerleme göstermiştir. Bu tarih suya bağlı hastalıkların çoğunun mikrobiyolojik orijinli olmalarından şüphelenilmeye başlandığı tarihtir.

1800'lerin sonuna, 1900'lerin başına doğru suya bağlı epidemilerde patojenlerin özellikle suda aranmasına karar verilmiştir; tifo, kolera, vb.

Kısa bir sürenin ardından ise aşağıdakilere karar verilmiştir:

- Analitik cevaplar çok uzun sürede elde edildiği için, suya bağlı risklerin yönetimine ve önleyici tedbirlerin alınmasına uygunsuzdu,
- Analiz edilen suların az miktarda oluşu, bu bakterilerin sularda seyrek oluşu ve su kütlelerindeki dağılımlarının homojen olmayışından dolayı bir analiz sonucundan suyun toplam kütlesi için bir anlam çıkarmak mümkün olmuyordu,
- Patojenin insan vücudu içerisinde çoğalması mümkün olduğundan sıfır risk elde etmek için kabul edilebilir mevcut patojen seviyesini belirlemek mümkün değildi.

20. yüzyılın başından itibaren patojenleri suda aramak yerine suda olmadıklarını tespit etmek için dolaylı yolların kullanılmasına karar verilmiştir.

Bu dolaylı yol birçok hipoteze dayandırılmıştı. Bunlar:

1. Suyu aktarılan patojenler sindirim sisteminde kendi kendilerine çoğalan patojenlerdir. Bu yüzden bu patojenlerin orijini suyla taşınan sıcakkanlı hayvan dışkılarından başkası olamaz. Bu patojenler ılıman bölgelerde doğal ortamlarda çoğalmazlar.
2. Suyun içindeki fekal maddelerde bulunan bakteriler fekal kontaminasyonun kanıtı olarak düşünülebilir

Fekal kontaminasyon göstergelerinden biri *Escherichia coli*'dir. Fakat *E.coli* 'ye özgü tanımlama metotları uzun sürdüğünden ve bütün laboratuvarlarda yapılamadığından araştırmanın *E.coli* 'nin de yer aldığı sınıf olan bütün termotoleran koliformlara yayılması önerilmiştir.

Metotların bütün mikrobiyoloji laboratuvarlarından kullanıma hazır edilmesinden sonra 98/83 sayılı AB Direktiyle *E. coli*'yi araştırma şartı getirilmiştir.

Bu arařtırmalarla suların 2 kategoriye ayrılması mmkn olmuřtur; kontamine olmamiř sular ve kontamine olmuř sular. Kontamine olmuř suların dezenfeksiyon iřlemi iin biyosid rnler kullanılmıřtır.

Bu iřlemlerle *E.coli* ve hatta fekal veya termotoleran koliformların klora olan hassasiyetlerinin diđer patojen bakterilere gre daha fazla olmasından birer gsterge olmadıkları ortaya ıkmıřtır. Bu yzden dezenfeksiyon iřlemlerinin etkinliđini gstermek iin ikinci bir fekal kontaminasyon gstergesinin olması gerektiđi nerilmiřtir; gnmzde bađırsak enterokokları olarak adlandırılan D grubu fekal streptokoklar. Bu bakteriler biyositlere ve aynı zamanda kurutucu maddelere *E. coli*'den daha ok diren gsterdikleri iin daha nceden gerekleřen kontaminasyonun birer kanıtıdır.

Avrupa'da, ABD'deki uygulamalardan farklı olarak, klorlama asgari dzeyde yapıldıđından, 1-2 mg/l klor yerine 0,2 - 0,5 mg/l klor, yzyılın bařındaki hijyen uzmanları bilhassa bu kalıntılarda bulunan sporların tamamen inaktif olmaları gerekmediđini dřnmřlerdir. Yzey sularında ABD'deki uygulamalardan farklı olarak dezenfeksiyon ncesi filtreleme sorunlu hale getirilmiřtir.

Bunlar, biyosid iřlemlerinde duyarlılık gstergesi olarak seilmiř olan slfiti indirgeyen (*Clostridium*) anaerob sporlardır.

Anlařılan bugn suyun mikrobiyoloji bakımından kalite analizine yaparken tanımlamamız gereken 3 bakteri vardır:

- Fekal kontaminasyonun kanıtı olarak *E.coli* ve bađırsak enterokokları.
- Dezenfeksiyon iřlemindeki etkinliđin gstergesi olarak bađırsak enterokokları.
- Biyosid iřlemlerinde duyarlılık gstergesi olarak slfit – indirgeyici(*Clostridium*) anaerob mikroorganizmaların sporları .

Dađıtım řebekesinde bu 3 mikroorganizma grubuna, 20 ve 36°C'de reyebilen aerob mikroorganizmalar eklenmiřtir. Bu bakteriler kendi bařlarına mikrobiyolojik bir riskin gstergesi deđillerdir, tam aksine, sayılarındaki deđiřiklik dađıtımdaki suyun mikrobiyolojik kalitesindeki azalmayı kanıtlayabilir. Dolayısıyla izole bir deđer yorumlanamaz, kullanılamaz, aksine dzenli bir takip, bu mikrobiyolojik azalmayı sınırlamak veya bloke etmek iin nleyici tedbirleri uygulamaya koymayı mmkn kılar.

Normalde, sulardaki btn bu bakterilerin takibinin, suların mikrobiyolojik kalitesi iin iyi bir gvence vermiř olması beklenirken yıllardır yapılan epidemiyolojik anket sonuları bu gvencenin ancak kısmen elde edildiđi gstermiřtir. Esasında,

- Fabrika ıkıřındaki su yrrlkteki kurallara uygun olsa dahi dađıtım řebekesinde bu bakterilere rastlayabiliriz. Yapılan ve dođrulanana aıklama řyledir: bazı "hasarlı" bakterilerin fabrika ıkıřında yapılan analizlerde tekrar retilemez oldukları fakat hayatı aktivetelerine dađıtım řebekesinde tekrar kavuřtukları řeklinde dir.

Bu riskleri en aza indirmek iin DS suyun dezenfekte edilmesi iin oklu bariyerli sistemlerin kullanılmasını nermektedir: biyosidlerle maruz bırakma ve dezenfekte etme.

Uzun süreler boyunca estetik bir parametre olarak kabul edilen suyun iletkenliđi artık mikrobiyolojik kirliliđi deđerlendirmede bir parametre olarak düşünölmektedir. Fransa'da örneđin, filtrasyon sonrasında suyun iletkenliđinin 0,5 NFU'nun altında olması gerekir.

- Dezenfeksiyon işlemeine karşı bađırsak enterokoklarından daha dayanıklı olan bakteriler de vardır (klor, klor biyoksit, ozon). Bunlar bilhassa Giardia ve Cryptosporidium parazitleridir. Gelişmiş ölkelerdeki suya bađlı epidemiler gitgide daha az bakteri kaynaklı, aksine daha çok virüs veya patojen parazit kaynaklı olmaktadır. Bu suya bađlı epidemiler suyun mikrobiyolojik kalitesinin klasik metotlarla hatasız bir şekilde deđerlendirildiđi şehirlerde meydana gelebilir.

Bugün, insani tüketim olarak amaçlanan sularda diđer evsel kullanımlar , özellikle de vücut temizliđi, da kapsama alınmıştır. Bu genişletme başka riskleri de dikkate almayı gerektirir, özellikle temas ve solunum risklerini. Bu yeni risklerle ilgili olarak insan vücudu sıcaklıđında çođalmaları dışında bu patojenlerle ilgili bilinen başka özellikler yoktur.

Temastan dolayı mikrobiyolojik riskler olarak (duş, banyo) özellikle dikkate alınması gereken *Staphylococcus aureus* ve *Pseudomonas aeruginosa*'dır.;

Solunum yoluyla mikrobiyolojik risk oluşturan en önemli patojen *Legionella pneumophila*'dır;

Bu patojen bakteriler, bađırsak bakterilerinden farklı olarak dođal ortamda ve tabii ki dađıtım şebekesinde de çođalırlar. Pek çok parametrenin dikkate alınması gerekir. Bunlar; besinlerin mevcudiyeti (amonyum fosfat), biyoparçalanabilir organik maddeler (çözünmüş biyoparçalanabilir organik karbon), suyun ısısı, dađıtım şebekesinin temizlik durumu.

Çok az sayıda yüksek bir bulaşıcılıđı olan bakteriyel patojenlerde için özel bir araştırma yapılması önerilir. Yeniden canlanabilen aerob bakterilerin sayılarındaki bütün anormal artışlarda alarm vermek iyi bir sistem olacaktır.

2. 22°C ve 37°C'de üreyebilen mikroorganizmaların sayımı; Agarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)

2.1. Amaç

Yapıları ne olursa olsun sular, çok miktarda topraktan ve bitkilerden, genel olarak çevreden gelen mikroorganizmaları ihtiva etmektedir.

Bu mikroorganizmaların sayımı suyun kalitesinin deđerlendirilmesi ve gözlemi için faydalı bilgiler sağlamaktadır.

Kolonilerin sayılması yeraltı su kaynaklarının bütünlüğünün ve su işleme yöntemlerinin etkinliğinin değerlendirilmesi için faydalıdır. Dağıtım sistemlerinin temizliğine ilişkin bilgi vermektedir.

2.2. Kapsam

Koloni sayımının başlıca önemi, sık ve uzun vadeli bir gözetim ile beklenen sayılara kıyasla ortaya çıkan sapmaların tespiti'ne dayanmaktadır.

Elde edilen sayıdaki her türlü ani artış ciddi bir kirlenmenin bir ilk uyarısını oluşturabilmekte ve ileri araştırmaların yapılmasını gerektirebilmektedir.

2.3. Standartlar

**22°C ve 37°C'de üreyebilen mikroorganizmaların sayısı;
Ağarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)**

2.4. Prensiptir

- Sulandırılmamış bir numune veya bu numunenin çeşitli seyreltmeleri, Petri kutusunda seçici olmayan ağarlı besiyeri ile karıştırılarak ekilir;
- Ekimi yapılan petriyerler 68saat ± 4saat boyunca 22°C ± 2°C sıcaklıkta veya 22±2 saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir

2.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazılım.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans Standart</u>
Her çeşit su	TS EN ISO 6222 (Şubat 2002)
<u>Muhafaza</u>	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u>
Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	24 saat
	Şişelenmiş sular için 12 saat

<u>Muhafaza sıcaklığı</u>	
Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap	
İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$)	
Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tespit Sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u>
1 CFU	CFU/mL

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensipten (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Sayım için Agar

- Maya Ekstraktlı Agar

5 İşlem şekli

Agarın dökülmesi esnasında zaman kaybetmemek için, agar gündüz erkenden kaynar su banyosunda eritilir ve daha sonra yaklaşık 30 dakika boyunca ortam sıcaklığında soğutulur. Kullanıma kadar $45^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 'de ki su banyosunda bekletilir.

Eğer seyreltmelerin yapılması gerekli ise, bu işlem hazırlanan talimata uygun şekilde hiç beklemezsizin steril tuzlu peptonlu su içerisinde yapılır.

Ekim

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Numunenin veya seyreltmelerin 1'er mL'si 90 mm çaplı Petri kaplarına konulur;

- Maya Ekstraktlı Agar'dan yaklaşık 15-20 mL her Petri kabına eklenir (numunenin veya seyreltmelerin petrilere konulmasından agarın dökülmesine kadar geçen zaman 15 dakikayı aşmamalıdır)
- Petri kapları dikkatli bir şekilde sağa-sola ve aşağı-yukarı hareketlerle çalkalanır ve soğumaya bırakılır.

Açıklama: Şişelenmiş sular olduğunda, ekim için 2 petri kabı kullanılır.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanan petrilere ters çevrilir;
- Petrilere, $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 68saat± 4saat veya $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 22±2 saat boyunca inkübe edilir.

Kolonilerin sayımı

İnkübasyondan sonra petrilere incelenmektedir. İnceleme yapılmaması halinde en fazla 48 saat boyunca $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta muhafaza edilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller konuyla ilgili hazırlanan talimatta açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, dolayısıyla sonuç Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (CFU) sayısı olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki şekilde yazılır.

22°C 72saatte veya 36°C 24 saatte üreyebilen aerob mikroorganizmalar	n CFU/mL.
➤ n = 0	0 CFU/mL
➤ $1 < n < 300$	n CFU/mL
➤ n > 300	300 CFU/mL
birleşmeyen koloniler	
➤ n > 1000	>1000 CFU /mL
birleşen koloniler	

Eğer 2 petri ekilmiş ise (şişelenmiş sular için), 2 petri üzerinde bulunan koloni sayısının ortalaması alınmaktadır. Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılmaktadır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltmeler) laboratuvarında hazırlanan belgelerde belirtilmektedir.

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
36°C'de 44±4 saat inkübasyon	36°C'de 22±2 saat inkübasyon	İlgili yönetmelikte öngörülen şartları sağlamak için

2.6. Analizin Maliyeti

3,90 - 17,20 € arası

3. FEKAL RİSK GÖSTERGELERİ OLAN BAKTERİLERİN ARAŞTIRILMASI

3.1. *Escherichia coli* ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı – Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)

3.1.1. Amaç

E.coli her zaman fekal kökenli olan yegane bakteridir. Bu bağlamda, bir fekal kirlenmeyi gösteren spesifik gösterge organizması olarak kabul edilmektedir. Su içerisinde *E.coli* tanısının yapılması enterik patojen organizmaların olası varlıklarını yansıttığı şeklinde algılanmalıdır.

3.1.2. Kapsam

E.coli'ler işlenmemiş doğal su içerisinde üç aya kadar yaşayabilirler. Klora karşı çok hassastırlar. Litre başına 0,2 oranında serbest klor konsantrasyonu ile inaktif olurlar. Klorklama ile inaktif hale dönüşmemiş bakteriler dağıtım şebekesi içerisinde hiç üremeden birkaç gün yaşayabilirler.

3.1.3. Standartlar

Escherichia coli ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)

3.1.4. Prensiptir

- Su numunesinin belirli bir hacmi membran filtreden geçirilir; membran filtre bir seçici besiyerine konulur;
- 36°C ± 2°C ve 44°C ± 1°C sıcaklıkta 21saat ± 3saat ve 44saat ± 4saat inkübe edilir;
- Laktöz Pozitif olarak tanımlanmış olan tipik koloniler okunur ve sayılır;
- Koliform veya *Escherichia coli* olarak doğrulanmış tipik koloniler sayılır.

Koliform bakteriler :

21saat ± 3saat ve 44saat ± 4saat içerisinde 36°C ± 2°C sıcaklıkta seçici kültür ortamında laktozdan asit oluşturan, fakültatif anaerob ve oksidaz negatif bakterilerdir.

Escherichia coli :

44°C ± 1°C sıcaklıkta 21saat ± 3saat ve 44saat ± 4saat içerisinde triptofandan indol oluşturan koliform bakterilerdir.

3.1.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: *Okuma* => Ekimi yapılacak tipik kolonilerin yapısına ilişkin kesin bilgiler.

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans standart</u>
Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	TS EN ISO 9308-1 (Nisan 2004) - Standart deney -
<u>Muhafaza</u>	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u>
Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u>	
Taşıma esnasında : ≤ 10°C sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı (<25°C) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda 5°C ± 3°C	
<u>Tespit Sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u>
1 CFU	CFU/100ml veya CFU/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensipten (yukarı bkz.)

4 Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Tergitol TTC laktozlu agar:

Doğrulayıcı kültür ortamı ve reaktifler

- Seçici olmayan agar: (Tryptofan Soy Agar (TSA) gibi)
- Tryptofan buyyonu:
- Oksidaz reaktifi
- Kovacs reaktifi

5 İşlem şekli

Filtreleme

- İncelenecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvar içerisinde hazırlanan Talimat doğrultusunda numunenin cinsine göre 100 veya 250 mL membran filtreden geçirilir ve membran filtre TTC-Tergitol laktozlu agar besiyeri üzerine yerleştirilir;
- İşlem, istenmeyen üremenin engellenmesi amacıyla 44°C'de inkübe edilecek diğer petri için ikinci kere tekrarlanır.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petrilere biri 21saat \pm 3saat boyunca 36°C \pm 2°C sıcaklıkta inkübe edilir. Deneyin hassasiyetini arttırmak için süre 44saat \pm 4saate uzatılıp ikinci okuma işlemi gerçekleştirilir.
- Diğer petri 21saat \pm 3saat boyunca 44°C \pm 1°C sıcaklıkta inkübe edilir. Süre 44saat \pm 4saate uzatılıp ikinci okuma işlemi gerçekleştirilir.

Okuma

- Genellikle koliformlar, membranın altından görülebilen sarı bir hale içerisinde sarı veya turuncu renkte koloniler oluştururlar. *Escherichia coli* ve *Enterobacter aerogenes* kolonileri, en sarı renkteki kolonilerdir. Bazı koliform bakteriler yeşilimtrak veya pembe koloniler de oluşturabilmektedir.
- Az bile olsa, sarı bir halenin olması, doğrulaması yapılacak şüpheli kolonileri işaret etmektedir.
- Ancak, her ne kadar ikincil bir gösterge oluşturuyor olsa da, doğrulaması yapılacak kolonilerin rengi dikkate alınmalıdır. Böylece, sarı bir halenin olması halinde, doğrulanacak koloniler öncelikli olarak sarı (ortasında pas olan veya olmayan) ve kırmızı-turuncu kolonilerdir; daha az temsil edilen yeşilimtrak veya pembe koloniler de doğrulanmalıdır

Doğrulama ve sayım

- Aşağıdaki durumlar hariç, ileri ekimler öncelikli olarak $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilmiş petrilere yapılmaktadır:
 - * Eğer $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilmiş petri üzerinde daha fazla sayıda tipik koloni var ise: bu durumda, $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ve $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilmiş petrilere tipik kolonileri doğrulanır,
 - * Eğer 36°C sıcaklıkta inkübe edilmiş petri istenmeyen flora ile istila edilmiş ise (100 – 150'den fazla karakteristik olmayan koloni): bu durumda, sadece 44°C sıcaklıktaki petride bulunan koloniler doğrulanır
- İleri ekimler $44\text{saat} \pm 4\text{saatlik}$ inkübasyondan sonra yapılmaktadır. Eğer $21\text{saat} \pm 3\text{saat}$ inkübasyondan sonra membranlar çok sayıda tipik olmayan koloni içeriyor ise, ekimler bu safhada yapılmaktadır.
- İleri ekimler mutlaka ortaya çıkarılmış bütün tipik koloniler üzerinde yapılmamaktadır.

Ekimi yapılacak kolonilerin sayısı aşağıdaki şekilde belirlenmektedir:

Eğer N tipik koloni sayısı ise, X aşılacak koloni sayısıdır:

Eğer	$1 \leq N \leq 10$	$X = N$
	$10 < N$	$X = 10$

Eğer tipik koloniler izole halde değil ise, TTC-Tergitol laktozlu agardan başka TTC-Tergitol laktozlu agara pasaj ile yeniden bir izolasyon işlemi gerçekleştirilmektedir.

İleri ekimler TPS'de bakterilerin süspansiyon haline getirilmesiyle gerçekleştirilmektedir.

Ekimi yapılan her koloni üzerinde gerçekleştirilen identifikasyon testleri aşağıdakilerdir:

* Oksidaz

- TSA üzerine ekim yapılır ve $21\text{saat} \pm 2\text{saat}$ boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- İki-üç damla taze hazırlanmış oksidaz reaktifi bir süzgeç kağıdı üzerine damlatılır.
- Cam, tahta, plastik veya platin (nikel krom olmayan) öze ile TSA'da oluşan koloninin bir kısmı hazırlanan süzgeç kağıdı üzerine sürülür.
- 30 sn içerisinde koyu mavi-mor rengin oluşması pozitif reaksiyon olarak kabul edilir. Koliform bakteriler oksidaz negatiftir: Kağıt üzerinde renklenme gerçekleşmez.

* İndol üretimi

- Triptofan buyyonu tüpüne ekim yapılır ve $21\text{saat} \pm 3\text{saat}$ boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- 0,2 - 0,3 mL Kovacs reaktifi konarak indol üretimi kontrol edilir.

Buyyonun yüzeyinde kırmızı rengin oluşumu indol üretimini doğrular.

Bu durumda, bir koliformun ve *Escherichia coli*'nin identifikasyonu aşağıdaki şekilde yapılmaktadır:

Oksidaz	+	-	
İndol	/	-	+
Sonuçlar	o	Koliform	<i>E. coli</i>

Açıklama:

24 veya 48 saatlik kültürden sonra, membran çok sayıda şüpheli koloni içeriyor ise ve/veya koliformlara ilişkin yapılan araştırmalarda engel teşkil edebilecek başka koloniler içerir ise, numune aşağıdaki değerlendirmelere göre ikinci kere kültüre alınmaktadır:

S = şüpheli koloniler

A = diğer koloniler

24 saat veya 48 saatlik kültürden sonra petrielerin yapısı	Numunenin tekrar kültüre alınması - Yöntemler
A > 300 ve S > 10	Seyreltme ve membran filtreleme
A < 100 ve S > 100	Seyreltme ve membran filtreleme

Ancak numunenin alındığı zaman ile tekrar kültüre alındığı zaman arasında geçen süre 30 saati aşmıyor ise sonuçlara akreditasyon kapsamında cevap verilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller « Membran filtreleme için kullanılan talimatında açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve sayı, Koloni Üreten Üniteler veya Koloni Oluşturan Üniteler (CFU) olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır::

Toplam koliform

Escherichia coli

➤ n = 0

➤ 1 < n < 100

➤ n > 100

n CFU/ 100 veya 250 mL

n CFU/ 100 veya 250 mL

0 CFU/ 100 veya 250 mL

n CFU/ 100 veya 250 mL

100 CFU/100 veya 250 mL

veya seyreltme sonuçları

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının toplam seyreltme oranının tersi ile çarpılması gerekmektedir.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanmış belgeler üzerinde belirtilmektedir.

8. Standarta kıyasla farklılık

Standartın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C arası inkübasyon	44°C ± 1°C arası inkübasyon	Kullanılan programın spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlama-yan inkübasyon malzemesi

3.1.6. Analizin Maliyeti

9,00 - 42,10 € arası

3.2. Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899–2)

3.2.1. Amaç

Enterokokların su içerisindeki dayanıklılıkları diğer gösterge organizmalara kıyasla daha yüksektir. Özellikle dezenfektan ajanlara karşı dirençlerinden dolayı, suyun işlenmesindeki etkinliğin değerlendirilmesinde ayrıcalıklı gösterge organizmalardır.

Ayrıca, kurutmaya karşı olan dirençleri enterokokları kurutma gerektiren şebekelerin onarılması esnasındaki kontrol için gösterge organizma yapmaktadır

3.2.2. Kapsam

Genellikle, enterokoklar dağıtım şebekesinde üremediklerinden dolayı, tayinleri yakın bir zamanda meydana gelmiş olan fekal bir kirlenmeyi göstermektedir.

Enterokokların araştırılmasının önemi, *E.coli*'lerden farklı olarak, zor çevresel koşullara daha dayanıklı olmalarından ve su içerisinde daha uzun yaşamalarından ileri gelmektedir

3.2.3. Standartlar

Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899–2)

3.2.4. Prensip

Filtreleme, inkübasyon ve sayım

Bağırsak enterokokların sayımı 100 veya 250ml'lik suyun membran filtre aracılığıyla filtrelenmesine dayanmaktadır. Membran filtre, Gram-negatif bakterilerin çoğalmasını engelleyen sodyum azit ve bağırsak enterokokları tarafından kırmızı formazan'a indirgenen renksiz bir boya olan 2,3,5-trifeniltetrazolyum klorür ihtiva eden katı seçici bir kültür ortamı üzerine yerleştirilir. Tipik koloniler koloninin ortasında veya tamamında kahverengi-kırmızı veya pembe bir renkle ortaya çıkarlar.

Doğrulama

Tipik kolonilerin gözlenmesi halinde membran filtrenin, üzerindeki bütün koloniler ile birlikte 44°C sıcaklıkta önceden ısıtılmış safra eskulin azid agara transfer edilerek bir doğrulama yapılması gerekmektedir. Bağırsak enterokokları bu besiyerinde eskulini iki saat içerisinde hidroliz ederler. Son ürün olan 6,7-dihidroksikumarin demir iyonlarıyla birleşerek, ortamda yayılan kahverengi-siyah bir bileşen ortaya çıkarır.

Bağırsak enterokokları:

Slanetz-Bartley ve safra eskulin azid agar besiyerinde 44°C'de 2,3,5-trifenil-tetrazolyum klorürü formazana indirgeyebilen ve eskulini hidroliz edebilen bakterilerdir.

3.2.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans standart</u>
Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	TS EN ISO 7899-2 (Nisan 2002)
<u>Muhafaza</u>	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u>
Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat

Muhafaza sıcaklığı

Taşıma esnasında: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap

İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$)

Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

<u>Tespit Sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u>
1 CFU	CFU/100ml veya CFU/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	<u>İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI</u>
<u>ATIKLAR</u>	<u>BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI</u>

3 Prensipten (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Slanetz - Bartley Agar (Azid besiyeri, Na Azid besiyeri vb.)

Doğrulayıcı kültür ortamı

- Safra Eskülin Azid Agar:

5 İşlem Şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvarda hazırlanan kullanma talimatı doğrultusunda numunenin cinsine göre 100 veya 250ml'sinin membran filtreleme işlemi yapılır ve membran filtre bir Slanetz - Bartley agar petrisi üzerine yerleştirilir.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriyeler 44saat \pm 4saat boyunca 36°C \pm 2°C sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma

- Merkezi veya etrafı kırmızı, kahverengi veya pembe renkte olan bütün bombeli koloniler muhtemel enterokok olarak kabul edilir.

Doğrulama ve sayım

- Eğer tipik koloniler var ise, pens yardımı ile membran filtre ters çevrilmeden Safra Eskülin Azid Agar (1 saat boyunca 44°C \pm 1°C sıcaklıkta önceden ısıtılmış) üzerine transfer edilir. ve 2 saat boyunca 44°C \pm 1°C sıcaklıkta inkübe edilir;
- Çevreleyen ortamda siyah bir hale'ye sahip bütün tipik kolonilerin pozitif olduğu kabul edilir ve bunlar bağırsak enterokokları olarak sayılır.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller "Membran filtrelemenin genel metodu" adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs)

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve sayı Koloni Üreten Üniteler veya Koloni Oluşturan Üniteler (CFU) olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır

Fekal **Enterokoklar**

n = 0

1 < n < 100

n > 100

n CFU/ 100 veya 250 mL

0 CFU/ **100 veya 250 mL**

n CFU/ **100 veya 250 mL**

100 CFU/ **100 veya 250 mL**

veya seyreltmelerin sonuçları

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılması gerekmektedir.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanmış belgeler üzerinde belirtilmektedir

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C arası inkübasyon	44°C ± 1°C arası inkübasyon	Kullanılan programa spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi

3.2.6. Analizin Maliyeti

9,00 ile 33,40 € arası

3.3. Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (*Clostridia*) sporlarının araştırılması ve sayımı-Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461-2)

Veya

Clostridium perfringens (98/83/CE Direktifi Ek III)

3.3.1. Amaç

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri sporları ortamda oldukça yaygındır. Fekal ve hayvansal maddelerde ve aynı zamanda kullanılan sularda ve toprakta mevcuttur. *E.coli*'lerden farklı olarak, sporlar suda daha uzun yaşar çünkü kimyasal ve fiziki faktörlerin etkilerine karşı vejetatif şekillerden daha dayanıklıdır.

Bu yöntem suların yüzey sularından gelmesi veya onların etkisi altında kalmaları halinde uygulanmaktadır.

3.3.2. Kapsam

Bu araştırma ender veya aralıklı kirlenmeye ilişkin göstergeler sağlamaktadır. Sporlar suların işlenmesi için standart oranlardaki klorlamaya karşı bile dirençli olabilmektedir ve dolayısıyla kontrol edilmeleri gerekmektedir.

3.3.3. Standartlar

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (*Clostridia*) sporlarının araştırılması ve sayımı
Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461-2 Eylül 1997)

Veya

Clostridium perfringens (İnsani tüketim amaçlı suların kalitesine ilişkin 3 Kasım 1998 tarihli 98/83/CE Direktifi Ek III).

3.3.4. Prensip

TS 8020 ISO 26461–2 Yöntemi

- Numune uygun sıcaklıkta ($75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 15 dakika) tutularak bakterilerin vejetatif şekilleri yok edilir;
- Belirli bir miktar su numunesi $0,2\mu\text{m}$ poroziteli membran filtreden geçirilir ve membran filtre; seçici besiyerine (sodyum sülfid ve demir tuzları içeren) konulur;
- $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. sıcaklıkta 20saat \pm 4saat ve 44saat \pm 4saat boyunca inkübe edilir;
- Tanımlanan tipik koloniler okunur ve sayılır

Sülfid indirgeyen anaerobik bakteri sporları:

Anaerob ortamda $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 20saat \pm 4saat ve 44saat \pm 4saatte çoğalarak besiyerindeki sülfidi sülfüre redükte ederek tipik koloniler oluşturan ve demir sitratlı besiyerinde koloninin etrafında demir sülfür vasıtasıyla siyah renk oluşturan, bakterilerin dirençli şekilleridir.

Direktif'in öngördüğü yöntem:

- 100 mL su membran filtreden geçirilir;
- *C.perfringens* besiyerine membran filtre konulur (98/83/CE Direktifi Ek III) ;
- 21 saat \pm 3 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta anaerob ortamda inkübe edilir;
- 20–30 saniye boyunca amonyum hidroksit buharına maruz bırakıldıktan sonra pembe veya kırmızı renge dönüşen opak sarı kolonilerin sayımı yapılır.

3.3.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım.

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans standart</u>
Bütün su çeşitleri	TS 8020 EN 26461–2 Eylül 1997
<u>Muhafaza</u>	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u>
Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat

Muhafaza sıcaklığı

Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap

İlk altı saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$)

Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

<u>Tespit Sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u>
1 CFU	CFU/50ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLE</u>	<u>İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI</u>
<u>ATIKLAR</u>	<u>BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI</u>

3 Prensipten (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Sülfid-Demir Agar
- Triptoz sülfid Agar (Alternatif besiyeri)

5 İşlem Şekli

Vejetatif şekillerin yok edilmesi:

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Numunenin 50ml'si steril bir şekilde alınır (yapısına göre) ve 20x20 mm'lik steril tüplere konular (50ml filtreleme için, 25 mL'lik 2 tüp) ;
- Tüpler 15 dakika boyunca $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ sıcaklıktaki bir Benmariye yerleştirilir (su banyosunun sıcaklığının sıcaklık merkezine bağlı bir sonda ile kontrol edilir), daha sonra yaklaşık 55°C sıcaklıkta soğuk su akımında soğutulur.

Açıklama:

Paralel olarak musluk suyu içeren 25ml'lik bir tüp hazırlanır. Tüpün içerisine bir termometre yerleştirilir. Termometrenin 75°C dereceyi göstermesiyle birlikte, 15 dakikalık ısıtma işlemi başlatılır.

Filtreleme

- Laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatı doğrultusunda tüplerin içerikleri steril 0,2µm poroziteli membran filtreden geçirilir (Benmari'den geçirilip soğutulduktan sonra) ve membran filtre altta hiçbir hava kabarcığı kalmayacak şekilde ters çevrilerek seçici besiyeri (Demir Sülfid Agar) üzerine yerleştirilir.
- 50°C de tutulan erimiş Demir Sülfid Agar ile membranın üzeri tamamen kaplanır

Açıklama: Standardın önerdiği şekilde boş petriye konulan membran filtrenin üzerine besiyeri dökülmesi işlemi membranın kalkması gibi dezavantajlara sahip olduğundan yukarıdaki yöntem önerilmiştir. İşlem boş petri kabına filtrenin konulması ile de gerçekleştirilebilir.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petri anaerob jara yerleştirilerek 37°C ± 1°C sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma ve Sayım

- 20saat ± 4saat ve 44saat ± 4saat'ten sonra incelenir;
- Siyah hale ile çevrili bütün siyah kolonilerin bir sülfid indirgeyen anaerob bakteri sporundan kaynaklandığı kabul edilir.

Açıklama:

20saat ± 4saat sonra ilk okuma işleminin yapılması gerekmektedir; çok sayıda koloninin bulunması halinde, halelerin yayılması membranda tek tip siyah rengin oluşmasına yol açabilmektedir ve 48'inci saat itibarıyla herhangi bir sayımın yapılması imkânsız hale gelmektedir.

Buna karşın, eğer ilk okumada düşük miktarda koloni var ise ve eğer koloniler küçük ise, sonraki 24 saat içerisinde yeni koloni oluşumları meydana gelebilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller "Membran filtrelemenin genel metodu" adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs).

7 Hesaplama, sonuçların ifade edilmesi

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, sayı koloni üreten birimler veya Koloni Oluşturan Birimler (CFU) olarak ifade edilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır:

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri sporları	n CFU / 50ml
➤ n = 0	0 CFU/50ml
➤ 1 < n < 100	n CFU/50ml
➤ n > 100	100 CFU/50ml

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanan belgelerde belirtilmektedir

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
Membranın boş bir Petri kutusuna konulması.	1 mm besiyeri içeren bir Petri kabı içerisine membranın konulması.	Besiyeri katılması esnasında membranın yukarı çıkmasını engeller.

3.3.6 Analizin Maliyeti

8,70 - 10,60 € arası

4. PATOJEN ETKEN ARAŞTIRMASI

4.1. *Salmonella* Araştırması (TS ISO 6340)

4.1.1. Amaç

Her ne kadar virülansları ve patojeniteleri aşırı değişken olsa da, *Salmonella*'lar genellikle patojen olarak kabul edilir.

Salmonella'ların doğal konakları insanlar, büyük baş hayvanlar, kuşlar da dahil olmak üzere evcil ve yabani hayvanlardır.

İnsanlar ve hayvanlar asemptomatik taşıyıcı olarak dışkıları ile etrafa *salmonella* saçabilmektedir.

Dolayısıyla, onların çevrede ve özellikle su içerisinde bulunmaları mümkündür..

4.1.2. Kapsam

Salmonella'lar suda bulunduğu için, varlıklarının veya yokluklarının kontrol edilmesi uygun olur. Sudaki *Salmonella*'ların araştırılması bir konsantrasyon aşaması gerektirmektedir çünkü mukozalı çevre içerisinde değişime uğrayabilmektedirler. *E.coli* genellikle *Salmonella*'nın varlığını düşündürmek için iyi bir göstergedir.

4.1.3. Standartlar

Salmonella araştırması (TS ISO 6340)

4.1.4. Prensiptir

Lağım suları hariç, sulardaki *Salmonella* araştırması 4 aşama gerektirmektedir:

1. Seçici olmayan sıvı ortamda ön zenginleştirme

- Tercihen, numune (> 10 mL) membran filtreden geçirilir ve membran filtre tek kuvvet steril tamponlanmış peptonlu su içerisinde 16-20 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübasyona bırakılır;
- Belli bir miktar numune ile aynı miktar çift kuvvet tamponlanmış peptonlu suyun karıştırılmasıyla ön-zenginleştirme yapılması mümkündür. Filtrelemede olduğu gibi, numunenin miktarı de 10 mL'nin üzerinde olmalıdır.

2. Seçici sıvı besiyerinde ikinci zenginleştirme

- Ön-zenginleştirme ortamından alınan kültür zenginleştirme buyyonuna transfer edilir;
- 18-24 saat boyunca $42^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir (birinci inkübasyon);
- Fazladan 18-24 saat boyunca inkübasyon sürdürülür (ikinci inkübasyon).

3. İzole etme ve identifikasyon

- Birinci inkübasyon ve gerekliyse ikinci inkübasyonun ardından, ikinci zenginleştirmeden kaynaklanan kültürlerle, iki katı seçici besiyerine ekim yapılır;
- 24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıktada inkübe edilir.

4. Doğrulama

- Katı seçici besiyerinde oluşan şüpheli *Salmonella* kolonilerinin pasajlanması ve uygun biokimyasal ve serolojik deneyler aracılığıyla doğrulanması.

Açıklama:

Ayrıca uygulama esnasında analiz koşullarının geçerliliğinin sağlanması amacıyla, kullanılan katı ve sıvı kültür ortamlarının güvenilirliğinin kontrol edilmesi ve teyit edilmesi için (özellikle fertilitte), önemli ölçüde istenmeyen flora olduğunda dahil (ön-zenginleştirme

buyonunun 50 mL'si içerisinde yaklaşık 1.10^8 E. coli), bir kalitatif kontrol uygulanacaktır (kullanılan ortamların ve reaktiflerin lotları).

Salmonella

Seçici katı besiyerinde 2-4 mm çaplı koloniler oluşturan, Gram (-) oksidaz (-), spor oluşturmayan, çubuk şeklinde fakültatif anaerob bakterilerdir.

Salmonella'ların biokimyasal özellikler aşağıdaki şekilde tanımlanmaktadır:

İki şekerli demir agarda *Salmonella*'lar H₂S üreten, laktöz negatif, glukoz pozitif bakterilerdir. Ayrıca, *Salmonella*'lar L-Lizini dekarboksilaz enzimi ile hidrolize edebilmektedirler.

Serolojik özellikler aşağıdaki şekilde tanımlanmaktadır:

Nutrient agarda izole edilmiş saf koloniler uygun serumlarla test edildiklerinde aglütinasyon oluşturmaktadır.

4.1.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazılım

1.Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Ham lağım suları hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans Standart</u> TS ISO 6340 (Nisan 1999)
<u>Gerçekleştirme süresi</u> 24 saat içerisinde mümkün olduğunca çabuk analiz edilir Numune alımından sonra en fazla 24 saat	<u>Muhafaza</u> 5°C ± 3°C
<u>Tespit Sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> Yok / Analiz edilen hacim Var / Analiz edilen hacim

2. Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3. Prensiptir (yukarıya bkz.)

4. Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Referans materyal

- Referans suş (*Salmonella typhimurium*)

Seyreltici

- Tuz çözeltisi (%0,85'lik)

Seçici olmayan sıvı kültür ortamı

- Tek kuvvet tamponlanmış peptonlu su
- Çift kuvvet tamponlanmış peptonlu su

Seçici sıvı kültür ortamı

- Malaşit Yeşili/magnezyum klorür (Modifiye edilmiş Rappaport-Vassiliadis) besiyeri

Seçici katı kültür ortamları

- Brilliant yeşili/fenol kırmızısı laktoz agar (Edel ve Kampelmacher'e göre):
EK
- Ksiloz Lizin Deoksikolat Agar: XLD
- Bizmut Sülfid Agar (Wilson ve Blair'e göre)

Katı besiyerlerinden en az ikisi kullanılır.

Doğrulayıcı kültür ortamları

- Nutrient agar
- Kligler Iron agar
- Üre agar (Christensen'e göre)
- L-Lizin dekarboksilaz besiyeri (Falkow'a göre)
- O Antijenlerine karşı üretilmiş anti-Salmonella serumları

5. İşlem Şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojen hale getirilir;
- Laboratuvarda hazırlanan Kullanım Talimatı doğrultusunda 0,45 µm poroziteli selüloz ester membran üzerinde 1L ile 5L arası numune filtre edilir;
- Ardından membran 50 mL'lik tek kuvvet tamponlanmış peptonlu su içerisine yerleştirilir;
- Hafifçe çalkalanır.

Eşit miktarda karışım

- Numune filtrelenmemiş ise, yeterli kapasiteye sahip, yani analiz edilecek numune miktarının en az iki misli olan steril bir kap içerisinde (örnek: balon) Çift kuvvet tamponlanmış peptonlu su ile eşit miktarda karıştırılabilir.

Ön zenginleştirme

- Bu şekilde ekimin ardından $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 16-20 saat boyunca inkübe edilir.

İkinci zenginleştirme

- Bir pipet aracılığıyla ön-zenginleştirmenin 0,1 mL'si 150 mmX16 mm boyutunda bir tüp içerisindeki 10 mL Rappaport-Vassiliadis buyyonuna transfer edilir;

Açıklama:

Rappaport-Vassiliadis buyyonu, ön-zenginleştirme buyyonundan ekim öncesi $42^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta bir inkübatör içerisinde en az ½ saat inkübe edilmelidir.

Ayrıca, ekim ile $42^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 'lik inkübatör geri koyma arasında geçen süre mümkün olduğu kadar kısa olmalıdır;

- 18-24 saatlik inkübasyondan sonra birinci ekim gerçekleştirilerek 42-48 saat boyunca $42^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübasyon devam ettirilir ve akabinde 48 saat sonra ikinci ekim yapılır.

İzolasyon

Kullanımdan hemen önce, agarlı petriyer 30 dakikalık kurutma süresi aşılmadan bir inkübatör içerisinde kurutulur.

- Zenginleştirmenin ardından, 18-24 saat sonra EK agar besiyeri, XLD agar besiyeri ve Bizmut Sülfid Agar (kullanımı tercihe bağlı) Petriyerine bir öze ile birinci ekimler gerçekleştirilir. 20-24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- İkinci zenginleştirme safhasının inkübasyon döneminin bitiminde (48 saat) işlem tekrarlanır.

İdentifikasyon

- Tercihen ilk 24 saatlik zenginleştirme safhasının bitiminde gerçekleştirilen ekimler kullanılır. 48 saatlik zenginleştirme safhasının bitiminde gerçekleştirilen ekimler sadece ilk ekimler üzerinde karakteristik koloni olmaması halinde kullanılır. Zenginleştirmeden sonra gerçekleştirilen bütün ekimler analiz sonuna kadar soğukta muhafaza edilir;
- Karakteristik *Salmonella* kolonilerinin varlığının araştırılması için 20-24 saatlik inkübasyondan sonra EK, XLD ve Bizmut Sülfid agar (48 saatlik inkübasyon) petriyeri incelenir:

- EK besiyerinde, *Salmonella* kolonileri kırmızı veya açık pembe ve kırmızı kenarlıdır.
- XLD besiyerinde, *Salmonella* kolonileri siyah merkezli renksiz ama pembe-kırmızı görünümlüdür.
- Bizmut Sülfid agar besiyerinde, *Salmonella* kolonileri parlak metalik çevreli siyah renktedir.

Açıklama:

Kolonilerin yapısına ilişkin ayrıntılı bir tanım için ilgili besiyerinin teknik belgelerine bakılır. Karakteristik veya şüpheli olan her koloni doğrulamaya alınır.

Gerçekten, Salmonella kolonilerinin tanınması büyük ölçüde deneyime bağlıdır ve görünüm bazen bir türden diğerine farklılık arz edebilir.

Doğrulama

İzolasyon

Kullanımdan hemen önce, agarlı petripler 30 dakikalık kurutma süresi aşılmadan bir inkübatör içerisinde kurutulur.

- ✓ Eğer XLD veya EK kolonileri istenmeyen flora kolonileriyle temas halindeyse, nütrient agar üzerinde nihai izolasyon gerçekleştirilmeden önce, orijinal seçici ortamda bir izolasyon gerçekleştirilir.
 - ✓ Doğrulama için, karakteristik veya şüpheli kolonilerin tamamı (veya en az 5) her bir XLD agar EK agar veya Bizmut Sülfid agar petrilerinden alınır.
 - ✓ Seçilen koloni (veya koloniler) steril distile su içerisinde süspanse hale getirilir. Bu süspansiyondan Nutrient agara ekim yapılır ve 36°C ± 2°C sıcaklıkta 18-24 saat inkübe edilir.
- Aynı zamanda, aynı süspansiyon ile bir Kligler agara ekim gerçekleştirilir ve 24 saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıktada inkübe edilir.

❖ **Biyokimyasal Doğrulama**

Tanımlanacak kültürün Nürtient Agardaki tek kolonileri biyokimyasal deney besiyerlerine ekim için kullanılır. Tanımlanacak her kültür için bu işlem tekrarlanır.

Kligler Agar (İki Şekerli Demir Agar): Tipik *Salmonella* kültürleri, gaz oluşumuyla birlikte kırmızı bir üst kısım ve siyahlaşmayla birlikte sarı bir dip kısma sahiptirler.

Üre Agar: Nütrient Agar üzerinde çok iyi izole edilmiş bir bakteri kolonisi Üre agar tüpü içerisine ekilir ve, 24 saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta, inkübe edilir.

Üreaz negatif olan *Salmonella*'lar üre agarda alkalinizasyona yol açmaz ve rengi değiştirmez (giderek kiraz kırmızısına dönüşen gül pembesi renk oluşmaz).

L-Lizin Dekarboksilaz Besiyeri: Tek koloni besiyerine ekilir ve besiyeri steril sıvı parafin veya yağ ile örtülür. 24 saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta, inkübe edilir. Tipik *Salmonella* kolonileri menekşe renk oluşturur.

❖ **Serolojik Doğrulama**

- Biyokimyasal sonuçlar *Salmonella* şüphesine yol açar ise, serolojik doğrulama testleri gerçekleştirilir:
- Otoaglutinasyon oluşturan suşların tespiti
 - İyice temizlenmiş bir cam lamı üzerine bir damla tuzlu su konulur ve bunun içerisine homojen ve bulanık bir süspansiyon elde edecek şekilde test edilecek koloninin bir bölümü dağıtılır;
 - Lam 30-60 saniye boyunca aşağı yukarı sallanır.;
 - Tercihen siyah bir zemin üzerinde büyüteçle gözlem yapılır.

Eğer bakteriler büyük kümeler şeklinde biraraya gelmişler ise, suşun otoaglutinasyon yaptığına karar verilir ve daha ileri serolojik deneylere tabi tutulmaz.

- Somatik O antijen'lerinin tespiti için otoaglutinasyon yapmadığı bilinen tek koloni bir damla anti-O Serumu içerisine yayılır ve lam 30-60 sn boyunca aşağı yukarı çevrilir. Aglutinasyon pozitif reaksiyonu göstermektedir.
- Polivalan ve monovalan serumlar sırayla kullanılır

❖ **Serotipin kesin doğrulaması**

Salmonella oldukları veya olabilecekleri kabul edilen suşlar kesin doğrulama için bir referans laboratuvarına gönderilebilmektedirler. Suşlar gönderilirken beraberinde yapılanlarla ilgili bütün bilgiler de yer almalıdır:

*R.S Hıfzıssıhha Merkezi Başkanlığı,
Salgın Hastalıklar Araştırma Müdürlüğü
Ulusal Entero-Patojenler Referans
Laboratuvarı,
Cemal Gürsel Cad.
Sıhhiye/ANKARA*

7. Sonuçların ifade edilmesi

İncelenen numunedeki *Salmonella* varlığı veya yokluğu analiz raporunda bildirilecektir.

Talep üzerine brüt sonuçların tebliğ edilmesi olanağı da aşağıdaki cümleyle ilgili analiz raporlarında belirtilecektir:

«*Salmonella*’ların araştırılması için gerçekleştirilen biyokimyasal reaksiyonların ve deneylerin sonuçları talep üzerine sağlanmaktadır»

8. Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C'de inkübasyon	42°C ± 1°C'de inkübasyon	Kullanılan programın spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi

4.1.6. Analizin Maliyeti

33,90 - 61,50 € arası

4.2. Membran Filtreleme Yöntemi İle *Pseudomonas aeruginosa* Tayini Ve Sayımı (TS EN 12780)

4.2.1. Amaç

Pseudomonas aeruginosa insan için fırsatçı patojen bir organizmadır. Suda, nemli topraklarda veya bitkilerin yüzeyinde saprofit konumunda yaşamaktadır. Besin maddelerinin çok düşük düzeyde bulunduğu sular içerisinde bile üreyebilmektedir.

4.2.2. Kapsam

Halk Sağlığı açısından, bütün suların *Pseudomonas aeruginosa*'dan arınmış olmaları gerekmektedir. Bu bakterinin suda bulunması uygun bir dezenfeksiyon işlemiyle engellenmelidir.

Pseudomonas aeruginosa çevrede genelde varolan bir organizma olmasından dolayı, *E.coli*, varlığını veya yokluğunu ortaya çıkaracak doğru gösterge değildir.

4.2.3 Standartlar

Membran filtreleme yöntemi ile *Pseudomonas aeruginosa* tayini ve sayımı (NF EN 12780)

4.2.4. Prensiptir

- Su numunesinin belirli bir hacmi membran filtreden geçirilir ve membran filtre seçici besiyerine konulur;
- 44saat ± 4saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir;
- Tanımlanan tipik koloniler okunur ve doğrulanır;
- Doğrulanmış tipik koloniler sayılır.

Pseudomonas aeruginosa :

Cetrimit ihtiva eden seçici besiyerinde gelişen ve piyosiyanın üreten, (360 ± 20) nm UV ışın altında floresan veren, oksidaz pozitif ve asetamitten amonyak üretebilen bakterilerdir.

4.2.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazılım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS EN 12780 (Nisan 2004)
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında : ≤ 10°C sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı (<25°C) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda 5°C ± 3°C	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensipte (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- CN Agar (Cetrimit Agar alternatif)

Doğrulayıcı kültür ortamları

- Nutrient Agar
- King B besiyeri
- Asetamit Buyyon
- Oksidaz Reaktifi
- Nessler Reaktifi

5 İşlem şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvarda Kullanım Talimat doğrultusunda numunenin 250 mL'si 0,45µm por çaplı steril selüloz ester membran filtreden geçirilir ve membran filtre bir CN Agar petrisi üzerine konulur.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriler 44saat ± 4saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma

- Membranlar 22saat ± 2saat sonra koloni gelişimi açısından incelenir;
- Mavi-yeşil pigmentasyona (piyosiyenin) sahip bütün koloniler doğrulanmış *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir;
- UV ışın altında membranlar incelenir (uzun süre maruz bırakmadan):
 - Piyosiyenin üretmeyen ve floresan oluşturan koloniler olası *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir ve asetamit buyyon kullanılarak doğrulama yapılır;
 - Kahverengi-kırmızı pigmentasyona sahip ve floresan oluşturmayan diğer bütün koloniler olası *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir ve Oksidaz deneyi, asetamit buyyon ve King B besiyeri kullanılarak doğrulama yapılır

Doğrulama ve sayım

Ekimler ortaya çıkarılan bütün şüpheli koloniler üzerinde yapılmamaktadır. Ekilecek koloni sayısı aşağıda belirten şekilde belirlenmektedir:

Eğer N şüpheli koloni sayısı ise, X ekilecek koloni sayısıdır (her çeşit koloni için):

Eğer

$$1 \leq N \leq 5$$

$$X = N$$

$$5 < N \leq 25$$

$$X = 5$$

$$25 < N$$

$$X = \sqrt{N} \text{ üst tam sayıya yuvarlayarak}$$

Ekimler TPS'de bakterilerin süspanse hale getirilmesiyle gerçekleştirilir.

➤ **Oksidaz**

Bütün seçilen kolonilerin Nutrient agar üzerine ekimi yapılır ve $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 22saat \pm 2saat boyunca inkübe edilir.

Oksidaz Reaktifi kullanılarak oksidazın araştırılması:

- 2-3 damla taze hazırlanmış Oksidaz reaktifi bir süzgeç kağıdı üzerine damlatılır
- Nutrient agarda oluşan kolonilerin bir kısmı platin, plastik veya cam öze ile kâğıt üzerine yayılır;
- 10 sn içerisinde koyu mavi-mor rengin oluşması pozitif reaksiyon olduğunu göstermektedir.

➤ **Amonyak üretimi**

Nutrient agarda izole edilen koloni asetamit buyyon içeren bir tüpe ekilir ve 22saat \pm 2saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir.

Amonyak üretiminin araştırılması:

- Asetamit buyyon tüpü üzerine 1-2 damla Nessler reaktifi eklenir
- Yoğunluğa göre, sarıdan tuğla kırmızısı rengine kadar değişen bir rengin meydana gelmesi amonyak üretimini gösterir (5 dakikayı aşan sarı renk oluşumu dikkate alınmamaktadır).

➤ **King B'de floresan oluşumu**

Kahverengi-kırmızı renkli ve oksidaz pozitif kültürler Nutrient agardan King B besiyerine ekilir ve en fazla 5 gün boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir

Floresan oluşumunun araştırılması:

- UV ışınlar altında gelişim günlük incelenir.
- 5 gün içerisinde ortaya çıkan bütün floresanlar pozitif olarak kaydedilir

CN Agar üzerinde gelişen kolonilerin doğrulaması ve sayımı için özet tablo.

CN agardaki koloniler	Asetamitten amonyak üretimi	Oksidaz üretimi	King B üzerinde floresan oluşumu	<i>P. aeruginosa</i> olarak doğrulama
Mavi-yeşil	TE	TE	TE	EVET
Fluoresan(mavi-yeşil olmayan)	+	TE	TE	EVET
Kahverengi-kırmızı	+	+	+	EVET
Diğer çeşitler	TE	TE	TE	HAYIR

TE: test edilmemiş

6 Kontrol

Uygulanan kontroller “Membran filtrelemenin genel metodu” adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs)

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, dolayısıyla sonuç Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (CFU) sayısı olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki şekilde yazılır.

<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	n CFU / 250ml
➤ n = 0	0 CFU/ 250ml
➤ 1 < n < 100	n CFU/ 250ml
➤ n > 100	100 CFU/ 250ml
	veya seyreltme sonuçları

$n = P + F(cF/nF) + R(cR/nR)$ olduğunda:

P mavi-yeşil koloni sayısı

F floresan veren koloni sayısı

R kahverengi-kızıl koloni sayısı

nF amonyak üretimi için incelenmiş floresan veren koloni sayısı

cF amonyak üretimi için doğrulanmış floresan veren koloni sayısı

nR King B besiyerinde floresan üretimi için incelenen amonyak pozitif ve oksidaz pozitif kahverengi-kızıl koloni sayısı

cR King B besiyerinde floresan verdiği doğrulanan amonyak pozitif ve oksidaz pozitif kahverengi-kızıl koloni sayısı

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısı seyreltme oranının tersi ile çarpılır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltmeler, ekimler) laboratuvar tarafından hazırlanan belgelerde belirtilmektedir

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
YOK	YOK	YOK

4.2.6 Analizin Maliyeti

13,90 - 30,50 € arası

4.3 *Cryptosporidium* Ookistleri ve *Giardia* Kistleri Araştırması Ve Sayımı

Konsantrasyon ve sayım yöntemi (NF T 90-455)

4.3.1. Amaç

Kriptosporidioz ve giardioz insanlara ve hayvanlara bulaşan iki bağırsak parazitozudur. Kriptosporidioz immünosupresif hastalarda ciddi bir kronik ishal etkenidir. Giardioz bulantı ve/veya yağ emiliminde bozukluk oluşturan bir ishal etkenidir.

Cryptosporidium ve *Giardia* sağlıklı taşıyıcılarda da tespit edilebilmektedir.

4.3.2. Kapsam

Cryptosporidium ve *Giardia* insan sağlığı açısından risk teşkil etmektedir ve. Bu protozoonlar dış ortama kist formunda bulunurlar.

Çevresel örneklerde bu parazitlerin tanısı oldukça zor olup, bir çok konsantrasyon aşaması ve floresan antikorlarla tespit edilmesine dayanır.

4.3.3 Standartlar

***Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistleri araştırması ve sayımı
Konsantrasyon ve sayım yöntemi (NF T 90-455)**

4.3.4 Prensip

Sulardaki *Cryptosporidium* ookist'leri ve *Giardia* kistlerinin araştırması ardışık üç safhadan oluşmaktadır:

- Filtrasyon ve düşük hızda santrifüj ile parazitlerin konsantrasyonu;
- İmmüno Manyetik Seperasyon (IMS) ile tekrar konsantrasyon;
- Direkt immün floresan (DFA) tekniği ve faz kontrast mikroskop ile identifikasyon ve sayım.

Su numunesindeki *Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistlerinin konsantrasyonu

- Bir kartuş aracılığıyla su numunesi filtrelenir;
- Deterjan ile birlikte köpürmeyi engelleyen bir madde içeren pH'sı nötr fosfat tampon solüsyonuyla elüsyon;
- Yüzeydeki madde fraksiyonu içerisinde çökeltinin santrifüjlenmesi ve tekrar süspanse edilmesi: (C1 konsantresi).

Immuno Manyetik Seperasyon (IMS) ile Tekrar Konsantrasyon

- Konsantre homojenleştirilir ve başka bir tüpe transfer edilir;
- *Cryptosporidium* ookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin manyetik mikrobilyeler üzerinde tutturulan spesifik antikorlarla yakalanır ;
- Manyetik bilyeler yıkanır;
- Kompleks ayrıştırılır [manyetik bilyeler – (anti *Cryptosporidium* ookist antikorları ve anti *Giardia* kistleri antikorları)]. (C2 konsantresi).

Elde edilen nihai C2 konsantresi hacmi çok düşük olduğundan tümüyle analiz edilebilir.

İzole edilmiş *Cryptosporidium* ookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin identifikasyonu ve sayımı

- *Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistleri spesifik floresan antikorlarla işaretlenir;
- İzole edilmiş *Cryptosporidium* ookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin C2 konsantresinden identifikasyonu ve sayımı, epifluoresans ve interferansiyel faz kontrast mikroskopta morfolojik özellikleri gözlemlenerek gerçekleştirilir.

Cryptosporidium

Cryptosporidium olgun ookistleri içerisinde 4 sporozoitin bulunması ile karakterize bir koksidiyoz etkenidir.

Giardia

Giardia memelilerin bağırsağında bulunan kamçılı bir protozoon olup, trofozoit ve kist formları bulunur. Kistleri içerisinde 4 çift flagella, 2 aksonem vardır. Trofozoitleri ise 2 parabazal bünye ile karakterizedir.

4.3.5. Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

***o* Değişiklikler**

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans Standart</u>
Bütün su çeşitleri. Analiz edilebilen hacimler: - Tüketim suyu: ≥100 l -Yüzey suları ve arıtılmış atık su: maksimum 20 l - Tıkanma olması halinde, filtrelenmiş su hacminin not edilmesi	- NF T 90-455 Temmuz 2001 - Standart deney -

<u>Muhafaza</u> - Steril polietilen bidon (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı) -Filtreleme kartuşu aracılığıyla alanda (<i>in situ</i>) numune alma	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> - ≤24 saat - 5°C±3°C ısıda 72 saat - Numuneler asla dondurulmaz
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında: ≤ 10°C sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı (<25°C) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda 5°C ± 3°C	
<u>Tespit Sınırı</u> Analiz edilmiş 200 lt su için ≤ 10	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> Filtrelenmiş su hacminin içerisindeki sayılan toplam <i>Cryptosporidium</i> oookistleri ve <i>Giardia</i> kistlerinin miktarı

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU AMAÇLA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensi (yukarıya bkz.)

4 Malzeme, reaktifler

4.1. *Cryptosporidium* oookistlerini ve *Giardia* kistlerinin kartuş filtreleme yöntemiyle konsantrasyonları için materyal ve reaktifler.

Mikrobiyoloji laboratuvarlarında sıklıkla kullanılan materyal

Ayrıca:

- Filtrasyon yüzeyi 1 300 cm² olan 1 µm poroziteye sahip polietersülfon membranlar üzerinde filtrasyon kartuşu (*Pall Gelman Laboratory Division de Pall France - 3, rue des Gaudines - BP 5253 – 78175 Saint Germain en Laye Cedex tarafından üretilen Envirochek Sampling Capsule*);
- Bir peristaltik pompa, debi ve filtrelenmiş su ölçümü için bir cihaz, pensli bir statif, borular ve sterilize edilebilir hızlı bağlantılar içeren düzenek;
- Sterilize edilmiş plastikten yapılmış numune alma bidonları
- Yüksek kapasiteli, düşük hızlı, soğutmali santrifüj (40 000 ms⁻¹), mobil hokkalı rotor (başlık);
- 250 mL'lik santrifüj kapları: ilk 3 mL'leri (santrifügasyon kaplarının dipleri) cama yazar kalemle 0,5 mL aralıklarla derecelendirilir.

Reaktifler

- Fosfat tampon solüsyonu (PBS)
- Elüsyon solüsyonu

4.2. IMS tekniđiyle tekrar konsantrasyon için materyal ve reaktifler

Mikrobiyoloji laboratuvarlarında sıklıkla kullanılan materyal

Ayrıca:

- Sample Mixer referanslı rotatif karıştırıcı (ajitatör) (dađıtıcı firma: DYNAL FRANCE SA - 66 avenue de Langshut - 60200 Compiègne)
- Leighton MPC1 tüpü için manyetik karıştırıcı (dađıtıcı firma: DYNAL FRANCE SA – 66 avenue de Langshut - 60200 Compiègne)
- Santrifüj mikrotüpü için manyetik taşıyıcı “MPCM” veya “MPCS” (dađıtıcı firma: DYNAL FRANCE SA – 66 avenue de Langshut - 60200 Compiègne)
- Leighton tüpü
- Santrifüj mikrotüpü (0,5 mL ve 2 mL)

Reaktifler

- Reaksiyonel Kit: (Dynabeads *Cryptosporidium/Giardia*: SL-A 10X ve SL-B 10X): anti-*Cryptosporidium* antikorlarıyla kaplanmış immüno-manyetik bilyeler; anti-*Giardia* antikorlarıyla kaplanmış immüno-manyetik bilyeler; SL-A 10X antikorlarını sabitleme tamponu ve SL-B 10X antikorlarını sabitleme tamponu (dađıtıcı firma: DYNAL FRANCE SA – 66 avenue de Langshut – 60200 Compiègne)
- SL-A 1X Antikorlarını sabitleme tamponları (SL-A 10X tamponunun steril distile su içerisinde 10'luk seyreltme)
- 0,1 mol/l HCL
- 1 mol/l NaOH

4.3. *Cryptosporidium* ookitlerinin ve *Giardia* kistlerinin identifikasyonu ve sayımı

Materyal

- 480 nm dalga boyunda bir eksitasyon filtresi ve 527 nm dalga boyunda emisyon filtresiyle donatılmış epifluoresanlı mikroskop
- İnterferansiyel faz kontrast mikroskopta gözlem yapılması için gerekli olan ekipman
- Objektif X20, X40, X80
- Nemli oda
- İmmünofluoresanlı boyama ve inceleme için teflonlu lam

Reaktifler

- Floresan ile işaretlenmiş anti-*Cryptosporidium* ve anti-*Giardia* antikor kitleri (Cel5 *Giardia/Cryptosporidium*: dađıtıcı firma BMD SA BIOMEDICAL DIAGNOSTIC - BP 103 - 77423 Marne la Vallée Cedex 2)
- Fosfat tampon solüsyonu (PBS-pH 7,4)
- Saf metanol ve tamponlanmış gliserol solüsyonu

5. İşlem Şekli

5.1. Filtrasyon ile *Cryptosporidium* oookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin konsantrasyonu

5.1.1. Polietersülfondan kartuş üzerinde konsantrasyon

- Filtrasyon kartuşu uygun steril bir boruyla musluğa takılır.
- Uygun bir numune alma düzeneği olmaması halinde, numune alımı steril borularla donatılmış peristaltik pompa aracılığıyla gerçekleştirilir (montajın sıralamasına uyulması: su girişi, filtreleme kartuşu, pompa, filtre edilmiş su hacminin ölçülmesini sağlayan teçhizat).

Her iki durumda:

- Bir statif üzerinde tutulan filtrasyon kartuşu dikey olarak bırakılır (akışın yönü kartuşun üzerindeki bir ok ile gösterilmektedir);
- 100 l/saatlik filtrelemenin azami debisine uyularak pozitif basınçla su numunesi filtrelenir;
- Filtrasyon safhasının sonunda, bu amaçla hazırlanmış olan iki tıpayla her iki ucunu kapatmadan önce, kartuşun hala analiz edilecek numune suyuyla dolu olmasına dikkat edilmelidir.

5.1.2 *Cryptosporidium* oookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin elüsyonu

5.1.2.1 Elüsyonun birinci safhası

- Dereceli bir deney kabıyla elüsyon solüsyonundan 120 mL alınır
- Aseptik koşullarda önce, dikey olarak konumlandırılmış kartuşun giriş bölümünden konur ve tıpayla kapatılır.
- 15 dakikalık temas süresince gözlem yapılır.
- Kartuş 5 kere elle çevrilerek homojenize edilir.
- Kartuş giriş deliği aşağı tarafta kalacak şekilde tekrar yuvasına yerleştirilir.
- 15 dakikalık temas süresine uyulur;
- Yukarıda belirtildiği şekilde tekrar bir homojenleştirme işlemi uygulanır.
- Kartuşun giriş deliğinden çıkan sıvının ilk kısmı alınır ve 250 mL'lik konik dipli bir veya daha fazla santrifüj tüpüne aktarılır.

5.1.2.2 Elüsyonun ikinci aşaması

- Elüsyon sağlayıcı solüsyonun ikinci kısmı alınır (yaklaşık 120 mL);
- Kartuş, üst kısımda filtreyi tutan plastik parçanın temeline kadar dolacak şekilde, giriş bölümünden konulur;
- Kartuş, 30 saniye süresince azami hıza ayarlanmış bir vortex üzerinde dikey olarak tutulur (giriş deliği üst tarafta kalır);
- Ardışık olarak 5 kez elle çevirmeye homojenleştirilir;
- Dikey kartuş, 30 saniye süresince azami hıza ayarlanmış bir vortex üzerinde tutulur (giriş deliği alt tarafta kalır);
- Ardışık olarak 5 kez elle çevirmeye homojenleştirilir;

- Kartuş, 30 saniye süresince azami hıza ayarlanmış bir vortex üzerinde dikey olarak tutulur (giriş deliği üst tarafta kalır);
- Elüsyonu sağlayan bu maddenin ikinci fraksiyonu, birinci fraksiyonla karıştırılarak alınır.

Bu şekilde elde edilen eluat doğrudan santrifüj işlemine tabi tutulmalıdır.

5.1.3. Elüsyon sağlayıcı maddenin santrifüjü

- Elüsyon sağlayıcı madde 30 dakika boyunca $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ ısıda 1250 g hızda, santrifüj işlemine tabi tutulur;
- Uygun bir pipetle, santrifüj sonrası dipte kalan çökelti bırakılarak, üstteki sıvı dikkatlice uzaklaştırılır.
- Katı çökelti hacmi santrifüj tüpü üzerinde işaretlenerek not edilir;
- Yüzey maddeleriyle kaplı çökeltiyi içeren santrifüj tüpü $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 'ye konulur ve en çok 12 - 24 saat boyunca muhafaza edilir.

Çökelti ve yüzeydeki maddeler C1 konsantresini oluşturmaktadır.

5.2 IMS tekniğiyle tekrar konsantrasyon

5.2.1 Numunenin hazırlanması

- C1 konsantresinin tamamı analiz edilmelidir;
- IMS reaksiyonu için, toplam katı çökelti hacmi 0,5 mL'yi geçmemelidir (*eğer katı çökelti hacmi 0,5 mL'yi aşarsa, aynı şekilde gereken sayıda Leighton tübü hazırlanır*);
- Bir sonraki safhada distile suyun toplamasının yapılması için tekrar kullanılacak olan 10 mL'lik plastik bir pipetle aspirasyon – geri tepme yöntemiyle, C1 konsantresi homojenleştirilir;
- C1 konsantresi, katı çökelti miktarı kadar gerekli olan sayıda Leighton tüpüne dağıtılır;
- Her bir Leighton tüpü, elde edilen sonuçlara göre 3ml, 6ml veya 10 mL'lik hacimli steril distile suyla tamamlanır
- Her bir Leighton tüpüne bir mikropipetle aşağıdakiler belirtilen sıralamaya göre konulur:
 - o tampon "SL-A 10X": Hacimin 1/10'u
 - o tampon "SL-B 10X": Hacimin 1/10'u

5.2.2 *Cryptosporidium* ookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin yakalanıp tutulması

- *Cryptosporidium* anti-ookist ve *Giardia* anti-kist antikorlarıyla kaplı manyetik bilye süspansiyonları, 10 saniye süresince vortex aracılığıyla karıştırılır (*tübün dibinde çökelti olmadığından emin olunur*).
- *Cryptosporidium* anti-ookist ve *Giardia* anti-kist antikorlarıyla kaplı manyetik bilyelerin her süspansiyonundan 100 µl, konsantreyi ihtiva eden Leighton tübün içerisine konulur.
- Leighton tübü çalkalayıcıda 60-90 dakika arasında oda sıcaklığında inkübasyona bırakılır.

- Manyetik konsantratör "MPC-1"nin miknatısının Leighton tübünün yanında yassı du-ran "MPC-1" manyetik konsantratöre yerleştirilir
- Leighton tüpü ve "MPC-1" 2 dakika boyunca ele yavaşça karıştırılır (*eğer numune 10 saniyeden fazla hareketsiz bırakılmış ise, deneye devam etmeden önce bir önceki saf-ha tekrar başlatılır*);
- Manyetik konsantratör "MPC-1" tekrar dikey konumuna getirilir;
- Tıpa derhal çıkarılır ve "MPC-1" miknatısına sıkıca tutulmuş tüpün içerisindeki sıvı, ka-bından çıkarılıp uygun bir kaba aktarılır (*Leighton tüpü sarsılmaz ve bu safha esnasın-da miknatıstan ayrılmaz*);
- Tüp manyetik konsantratör "MPC-1"den alınır ve numunenin 1ml'si "SL-A 1X" tamponu içerisinde tekrar süspansiyona bırakılır;
- Tüpün içerisinde bulunan bütün bilyelerin ve partiküllerin tekrar süspansiyon işlemine tabi tutulması için, yavaşça elle karıştırılır;
- Süspansiyonun tamamı 1,5 mL'lik santrifüj mikrotübüne transfer edilir;
- Tüp "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısına yerleştirilir (*miknatıslı plakanın yerleştirilmesi unutulmamalıdır*);
- Santrifüj mikrotübü "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısından kaldırılmadan, 90° geriye doğru eğdirilir (hareket 1 dakika süresince tekrarlanır).

Bu safhanın bitiminde, manyetik bilyeler ve antikorlara bağlı ookistler ve kistler miknatısla temas halindeki tüpün yüzeyi boyunca ayrı bir tabaka oluşturmalarıdır.

- "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısı içerisinde tutulan tüp dikkatlice açılır ve miknatısa bitişik tüpün yüzeyine asılı elementlere dokunmamaya ve onları elimine etmemeye dikkat ederek, sıvının aspirasyonu derhal gerçekleştirilir.

Bu son safhaların gerçekleştirilmesi esnasında, tüp sarsılmaz ve "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısından alınmaz.

5.2.3 Manyetik durulama bilyeleri

- 1 mL "SL-A 1X" tamponu "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısı üzerinde yerinde bırakılmış santrifüj mikrotübüne eklenir;
- Miknatıslı plaka "MPC - M" veya "MPC-S taşıyıcısından çıkarılır;
- Bir mikropipet (1000 µl) aracılığıyla, bilyelerin tekrar süspansiyonunu yapmak için tampon 5 kere pipetaj yapılır.
- Miknatıslı plaka tekrar "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısına yerleştirilir;
- "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısının santrifüj tüpü kaldırılmadan 90°geriye doğru eği-lir, hareket 1 dakika boyunca tekrarlanır;
- "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısı üzerinde tutulan tüp dikkatlice açılır ve miknatısa bitişik tüpün yüzeyindeki tabakaya dokunmamaya ve onu elimine etmemeye özen göstererek üsteki sıvının ortamdaki uzaklaştırılması sağlanır.

Bu son safhalar esnasında, tüp sarsılmaz ve "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısından alınmaz.

5.2.4 "Manyetik antikör bilyeleri - *Cryptosporidium* anti-ookistleri -*Giardia* anti-kist antikörleri" kompleksinin disosiyasyonu

- "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcının mıknatıslı plakası kaldırılır.
- 50 µl HCl 0,1 mol/l santrifj tüpüne eklenir ve bir vortex aracılığıyla 5 saniye süresince içerik karıştırılır;
- Mikrotüp "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısına tekrar yerleştirilir akabinde ortam sıcaklığında 10 dakika boyunca bir temas zamanı gözlemlenir;
- Mikrotüp "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısından çıkarılır ve bir vortex aracılığıyla 5 saniye süresince karıştırılır;
- Numunenin tamamının mikrotüpün dibinde olduğundan emin olunur ve "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısına tekrar yerleştirilir;
- Mıknatıslı plaka "MPC-M" veya "MPC-S" taşıyıcısına yerleştirilir ve tüp 10 saniye dinlendirilir;
- Santrifj mikrotüpünün süspansiyonu 5 µl de NaOH 1 mol/l ihtiva eden uygun başka bir santrifj tüpüne (0,5 mL) aktarılır;
- Tüpün içeriği 200 µl'lik bir mikropipet ile pipetaj yapılır;
- IMS reaksiyonundan sonra elde edilen süspansiyon, C2 konsantresini veya tümüyle gözlemlenmesi gereken son konsantredir.

5.3 *Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistlerinin identifikasyonu ve sayımı

5.3.1 İmmünofloresan özellik için konsantrenin cam lamındaki gödelere konmasına ilişkin prosedür

İnsani tüketim amaçlı sular ve yeraltı suları için:

- Nihai C2 konsantresinin tamamı, immünofluoresan inceleme için lamın bir veya birden fazla gödesine 20 µl oranında dağıtılır.,
- Lam etüvde 36°C±2°C ısıda en az 30 dakika boyunca inkübasyona bırakılır.

Açıklama:

Yüzey sularıda, nihai C2 konsantresi ½ oranında distile suyla sulandırılır ve tamamı dağıtılarak, immünofluoresan inceleme için bir lamının bir veya birden fazla gödesine dağıtılır.

5.3.2 *Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistlerinin immünofluoresan inceleme için lamın üzerine tespit edilmesi

- C2 konsantresi içeren her bir godenin üzerine, taşırmadan bir damla metanol konulur.
- Oda ısısında kurumaya bırakılır.

5.3.3 Antijen-Antikör reaksiyonu

- Bir mikropipet ile godenin yüzeyinin kaplanmasını sağlayacak miktarda spesifik antikör konur.
- Antikör ilave edilirken, her seferinde piper ucu değiştirilir.

- Lam yatay bir şekilde nemli bir ortama konur.
- $36^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 'lik inkübatöre yerleştirilir ve 45 dakika inkübasyona bırakılır.
- Lam çıkarılır ve PBS ile 2 kez yıkama yapılır.
- Lamın suyu akıtılır ve etüv içerisinde $36^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ısıda 20 dakika boyunca kurumaya bırakılır.
- Her godenin üzerine yeterli miktarda tamponlu gliserol solüsyonu damlatılır ve lamelle kapatılır.
- Karanlık ortamda floresan mikroskopta okuma yapılır (x 20 veya x 40 objektifle).

5.3.4 Floresan ve interferansiyel faz kontrast mikroskopta *Cryptosporidium* ookistleri ve *Giardia* kistlerinin identifikasyonu ve sayımı.

5.3.4.1 Floresan mikroskopta identifikasyon kriterleri

Cryptosporidium ookistleri ve *Giardia* kistleri aşağıda belirtilen kriterleri içermelidir:

- *Cryptosporidium* ookistleri: Boyut $4\mu\text{m} - 6\mu\text{m}$ arası; küresel veya hafif ovoid şekil; net ve düzgün dış yüzeyleri daha yüksek yoğunlukta ve yeşil floresan özelliğe sahip,
- *Giardia* kistleri: Boyut $9\mu\text{m} - 15\mu\text{m}$ arası X $7\mu\text{m} - 10\mu\text{m}$ arası; ovoid şekil; net ve düzgün dış yüzeyleri daha yüksek yoğunlukta ve yeşil floresan özelliğe sahip.

5.3.4.2 İnterferansiyel faz kontrast mikroskopta identifikasyon kriterleri

İnterferansiyel faz kontrast mikroskopta önceden gözlemlenen yapıların doğrulanması:

- *Cryptosporidium* ookistleri: Boyut $4\mu\text{m} - 6\mu\text{m}$ arası; sferoidal şekil; net ve düzgün bir dış yüzey;
- *Giardia* kistleri: Boyut $9\mu\text{m} - 15\mu\text{m}$ arası X $7\mu\text{m} - 10\mu\text{m}$ arası; ovoid şekil; net ve düzgün bir dış yüzey.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller laboratuvarında hazırlanan talimatlarda yer almalıdır. Örnek olarak;

- "İmmüno-capture reaksiyonu antikorlarının afiniteleri ve spesifitelerinin kontrolü"
- "Antikorların kalitesinin ve işaretleme reaksiyonunun kontrolü"
- "Numune alma materyalinin dekontaminasyonu ve konsantrasyonun kontrolü"
- "Araştırmanın randımanının ve *Cryptosporidium* ookistlerinin ve *Giardia* kistlerinin sayımının kontrolü"

verilebilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

- Sonuç, filtre edilmiş su hacminde sayılan toplam *Cryptosporidium* ookist ve *Giardia* kist sayısı olarak ifade edilmelidir;
- *Cryptosporidium* ookisti ve *Giardia* kistin tespit edilememesi halinde, sonuç "analiz edilen su hacminde tespit edilemedi" olarak ifade edilmelidir;

- Kullanma suları için, 200 litre su analiz edildiğinde, yöntemin tayin eşiğinin 10 *Cryptosporidium* ookitinden ve 10 *Giardia* kistinden düşük olduğu kabul edilmektedir.

8 Standarta kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
	YOK	

4.3.6 Analizin maliyeti

450 Euro

4.4 Enterovirüslerin Araştırılması

Cam yünü üzerinde konsantrasyon ve hücrel kültürle tayin yöntemi (XP T 90-451)

4.4.1. Amaç

Enterovirüsler çok kısa bir inkübasyon döneminin ardından, miyokardit, menenjit, poliomiyelit vb. gibi çok sayıda ağır hastalıklara sebep olmaktadır. Enterovirüsler enfekte olmuş bireyler tarafından gaita ile dışkılanmaktadır. Kaynak sularında, yüzey sularında ve bazen de insani tüketim amaçlı sularda bulunmaktadır.

4.4.2. Kapsam

Halk Sağlığı açısından, enterovirüsler insan sağlığı üzerinde risk teşkil etmektedir. Sadece enfeksiyona sebep olan virüsler dikkate alınmaktadır. Bir virüsün enfeksiyona yol açabilmesinin kanıtı hayvanlarda veya hücrel kültürdeki çoğalma yetisine dayanmaktadır. Su örneklerinden hücre kültürü yöntemiyle kolayca tespit edilebilecek üç virüs ailesi: Adenoviridea'lar, enterovirüs türüyle sınırlandırılmış Picornaviridea'lar ve Reoviridea'lardır.

Çoğu vakalarda tayinleri bir konsantrasyon safhasını gerektirmektedir. Enterovirüsler dezenfeksiyona karşı fazlasıyla dirençli olduklarından, *E.coli* yokluklarını veya varlıklarını göstermek için iyi bir gösterge değildir.

4.4.3 Standartlar

Enterovirüslerin araştırılması

Cam yünü üzerinde konsantrasyon ve hücrel kültürle tayin yöntemi (XP T 90-451)

4.4.4 Prensip

Sulardaki virüslerin araştırılması, aşağıda belirtilen iki aşamadan oluşmaktadır:

- virüslerin konsantrasyonu,
- izole edilmiş virüslerin tayini, sayımı ve karakterizasyonu

Su numunesindeki virüslerin konsantrasyonu

- Sodyum-Kalsiyum ihtiva eden cam yünü aracılığıyla su numunesinin filtrelenmesi;
- Protein içeren bazik pH'lı, solüsyonla virüslerin desorbsiyonu ve bu işlemi müteakiben asit pH'lı organik flokülasyonla tekrar konsantrasyon;
- Santrifügasyondan sonra, çökelti sodyum monohidrogenofosfat solüsyonu içerisinde tekrar süspanse edilir;
- Nihai konsantrenin dekontamine edilmesi için önceden hazırlanan membranla filtrelene.

İzole edilmiş virüslerin sayımı

- En az 40 inokulum kullanan EMS yöntemiyle sayımın gerçekleştirilmesi;
- Konsantrenin mikropklarda yeni üretilmiş BGM hücrelerine inokülasyonu;
- 5 gün boyunca $37^{\circ}\pm 1^{\circ}\text{C}$ Sıcaklıkta inkübasyondan sonra (1inci pasaj), her bir besiyerinin içeriğinden bir fraksiyonun ardışık şekilde iki pasajının yeni mikropklaklar üzerinde gerçekleştirilmesi;
- 5 günlük 3.üncü inkübasyondan sonra doğrulanmış kuyucukların sayımı.

İzole edilmiş viral partiküllerin karakterizasyonu

- $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ Sıcaklıkta tek tabaka (monolayer) kültürü hazırlanmış BGM hücrelerine her bir pozitif besiyerinin içeriğinden bir fraksiyonun inokülasyonu;
- Bir sitopatik etki net bir şekilde görüldüğünde, enfekte olmuş hücrelerin metanolla sabitlenmesi ve enfekte olmuş hücrelerin Hemalum ve eozin ile boyanması;
- Bir enterovirüsün varlığını gösteren sitopatik etkilerin mikroskopta gözlemlenmesi.

Kültürü yapılabilecek enterovirüsler

Seçilen hücre serisi dikkate alınarak (BGM hücresi), kültürü yapılabilecek enterovirüsler aşağıdakileri içermektedir:

- Poliomyelit virüs türlerinin tamamı;
- Bütün Coxsackievirus B'ler (6 serotip) ve Coxsackievirus A 9 ve 16 serotipleri;
- Echovirüs türünde, 4 -5 - 7 - 11 - 12 -13 14 - 15 -16 - 17 - 19 -21 - 22- 23 - 24 - 25 ve 27 serotipleri.

4.4.5 Kalite Uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım

1. Yöntem

Uygulama alanı Bütün su çeşitleri. Analiz edilebilen hacimler: - Tüketim suyu: ≥ 100 l - Yüzey suları ve deniz suyu: 10 l'den 100 l'ye - Atık su: 5 l'den 20 l'ye	Referans standart XP T 90-451: Mart 1996 (T90-451) - Standart deney -
Muhafaza - Steril polietilenli bidon (Jerrican) (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfat ile) - Alanda (<i>in situ</i>) numune alma	Analizden önce muhafaza süresi 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
Muhafaza sıcaklığı Taşıma esnasında: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
Tespit sınırı Ekilen besiyeri sayısına göre	Sonuçların ifade edilmesi MPNCU / l (MPNCU veya EMSÜS: most probable number of cytopathic units:: en muhtemel sitopatik ünite sayısı)

2 Güvenlik

GÜVENLİK VE ÖNLEMLER	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
ATIKLAR	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensipten (yukarıya bkz.)

4 Malzeme, reaktifler

4.1. Virüslerin cam yünü üzerinde konsantre edilmeleri için materyal ve reaktifler

Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan materyal:

Özellikle:

- Rantigny 725 referanslı ve Saint-Gobain-Isover-Orgel: BP 19 – 60290 Rantigny tarafından dağıtımı yapılan sodyum-calcium'dan oluşan cam yünü
- İç çapı 42 mm ve asgari yüksekliği 100 mm olan paslanmaz çelikten filtreleme karter'leri
- Sterilize edilebilir bir pompa, bir debimetre, borular, hızlı tip bağlantılar
- Yüksek kapasiteli santrifüj $40\ 000\ \text{ms}^{-2}$
- Plastik maddeden yapılmış 10-25 l arası kapasiteli steril numune alma bidonu, kabı (jerricans)
- $0,2\ \mu\text{m}$ çapında poroziteye sahip selüloz asetat membran steril filtreleme ünitesi

Reaktifler:

- 1 mol/l glisin solüsyonu
- %30 oranında beef extract (sığır özütü) solüsyonu
- Elüsyon solüsyonu
- Antibiyotik ve antimantar solüsyonu
- Sodyum monohidrojenofosfat 0,15 M solüsyonu
- Steril dana serumu solüsyonu

4.2. Virüslerin tayini, sayımı ve karakterizasyonu için materyal ve reaktifler

Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan materyal:

Özellikle:

- İvert (Ters) mikroskop
- Laminer akımlı kabin
- Steril mikroplak
- 0,2µm çapında poroziteye sahip selüloz asetat membran steril filtreleme ünitesi
- Leighton veya eşdeğer tüpler

Reaktifler:

- BGM devamlı (continous) hücre serisi (Buffalo Green Monkey Kidney)
- Steril antibiyotik solüsyonu
- Üretme (growth) vasatı
- İdame vasatı
- Sayım için ortam
- Steril tripsin solüsyonu EDTA
- Fosfatla tamponlanmış tuzlu solüsyon
- Mayer yöntemiyle solüsyonda Hemalum
- Eozin solüsyonu
- Metanol
- Mutlak Etanol
- 96% Etanol
- 80% Etanol
- Kloridik alkol solüsyonu
- Toluen

5 İşlem şekli

5.1. Virüslerin cam yünü üzerindeki konsantrasyonu

5.1.1. Cam yününün yoğunlaştırılması

- 50 gram cam yünü tartılır ve 3 eşit parçaya ayrılır;
- 3 parça ayrı ayrı distile suyun içerisine yerleştirilir;

- 1.inci parça 42 mm çapındaki kartere yerleştirilir ve 0,5g/cm³ oranında yoğunlaştırılır;
- Kalan iki parça için aynı işlem tekrarlanır.

5.1.2. Cam yünüden oluşan filtrenin sterilizasyonu

- 200 mL HCl solüsyonu 1 mol/l yapılarak cam yünü filtresinin sterilizasyonu.
- 500 mL distile suyla duruluma.
- Daha sonra 400 mL NaOH'ın 1 mol/l yapılması.
- Nötr bir yapı elde edilene kadar steril distile suyla durulanması.

5.1.3. Cam yünü üzerinde konsantrasyon

- Cam yünü kartuşunun dikey olarak bırakılması.
- 100 l/saat debili basınçla su numunesi filtrelemesi.

Açıklama:

Konsantrasyon safhasından sonra, cam yünü filtresi kuru bırakılmamalıdır . Cam yünü hacmine eşit veya daha fazla hacimde analiz edilmiş su numunesinin kartuşun içerisinde muhafaza edilmesine özen gösterilir.

5.1.4 Virüslerin elüsyonu

Elüsyona başlamadan önce:

- Cam yünü filtresi kurutulmadan kartuşun içerisindeki atık su hacmi elimine edilir;
- Cam yünü kartuşunun üzerine dik şekilde elüsyon solüsyonundan 300 mL ihtiva eden bir kap yerleştirilir;
- Konsantreyi almak için cam yünü kartuşunun altına steril bir toplama şişesi yerleştirilir;
- Alta yerleştirilen toplama şişesindeki eluatın üçte birini alacak şekilde, elüsyon solüsyonu yer çekimiyle yavaşça akıtılır. Elüsyon solüsyonunun cam yünü filtresinden geçişinin başlamasıyla birlikte, özellikle renkli olmayan ilk mL'ler olmak üzere, kartuştan akan sıvının tamamı alınır. Enjeksiyon durdurulur ve bir dakikalık durma süresince gözlem yapılır.
- Elüsyon solüsyonunun 2.inci çeyreği için işlem tekrarlanır. Son fraksiyon cam yünü filtresinden hızlıca geçmiştir.

Açıklama:

Elde edilen eluatın (1.inci konsantre) muhafaza edilmesi için manyetik karıştırıcı üzerinde, 3 mol/l HCl ile 7,2±0,1 pH oranıyla nötralize edilir

5.1.5. İkincil konsantrasyon

- Manyetik karıştırıcı üzerinde 3 mol/l HCl ile 3,5±0,1 pH oranıyla 1.inci konsantre asitlenir.

- Bir saat boyunca ortam sıcaklığında tepkimeye bırakılır.
- 45 dakika boyunca konstre 4°C 35 000 ms⁻² 'de santrifüje edilir: yüzeydekiler elimine edilir ve çökelti asgari hacmi 1.inci konsantrenin başlangıç hacminin 1/50'sine tekabül eden sodyum monohidrojenofosfat solüsyonuyla alınır;
- pH dengesi 1 mol/HCL veya 1 mol/l NaOH ile, 7,2 ± 0,1 oranına getirilir.

5.1.6. Bakteri ve mantarların dekontaminasyonu

- 2 mL'lik steril bovine serum (dana serumu) solüsyonu ile 0,2 µm'lik selüloz asetat membrandan nötralize edilmiş konsantre filtre edilir.

5.1.7. Konsantrelerin muhafaza edilmesi

- Birincil konsantre ile ikincil konsantre, inokülasyondan önce 4°C±3°C sıcaklıkta en fazla 48 saat boyunca muhafaza edilebilir veya – 20 °C derecede bir ay boyunca dondurulabilirler;
- Dondurulmuş olan her bir konsantrenin, çözümlerinden en fazla 4 saat içerisinde hücrelere inokülasyonlarının yapılması gerekmektedir.

5.2. Virüslerin tayini, sayımı ve karakterizasyonu

5.2.1. İnokülasyon

- Eagle temel ortamından (MEM) en az %10'luk bir ölçü son konsantreye eklenir;
- Son konsantrasyonun karışımı 25 µl/kuyucuk olacak şekilde mikropolanın en az 40 kuyucuğa dağıtılır;
- 175 µl/kuyucuk oranında BGM hücre süspansiyonu konsantreyi içeren kuyucuklara dağıtılır;
- Hüresel tabakanın (monolayer) durumuna göre, mikropolaklar 5-8 gün boyunca 37°C±1°C sıcaklıkta inkübasyona bırakılır;
- İnkübasyon dönemi boyunca mikropolaklar her gün gözlemlenir ve sitopatik etki gösteren besiyerleri tespit edilir.

Açıklama:

Eğer ekilen bütün kuyucuklar pozitif ise, 5-8 günden önce inkübasyon durdurulmalıdır.

5.2.2. Pasajlama

- İnkübasyondan sonra, mikropolaklar 3 kere -20°C'de dondurulup 3 kere çözdürülürler;
- Her kuyucuk içeriğinin 25 µl'si steril bir şekilde yeni mikropolaklara transfer edilir;
- Kuyucukların her birine hücre süspansiyonundan 175µl dağıtılır;
- 7 gün boyunca 37°C±1°C Sıcaklıkta inkübasyona bırakılır;
- Mikropolaklar günlük olarak gözlemlenir ve sitopatik etki gösteren kuyucuklar tespit edilir;
- İkinci pasajın inkübasyonundan sonra aynı işlem tekrarlanır.

Açıklama:

Bu ekimin amacı aşağıdaki şekildedir:

- 1.inci ve 2.inci pasaj esnasında ortaya çıkan sitopatik etkiler konfirme edilir;
- Muhtemel toksik etki azaltılır (viral olmayan sebepten kaynaklanan lezyonların hücre tabakasında ortaya çıkması);
- Yavaş çoğalan, 1.inci inokülasyon ve 1.inci pasajlama esnasında gözle görülür sitopatik etki yaratmamış olan viral partiküllerin ortaya çıkarılması sağlanır.

5.2.3. Virüslerin sayımı

- Mikroplakanın inkübasyonundan sonra (3.üncü pasaj 2.inci ekim), inoküle edilmiş kuyucukların sayı sıcaklıkna konfirme edilmiş pozitif kuyucukların sayısı oranlanır.

5.2.4. İzole edilmiş virüslerin karakterizasyonu

5.2.4.1. Lamelli tüplere geçiş

- BGM hücreleri deney günü konflüan bir örtü elde edecek şekilde Leighton tüpleri içinde cam lameller üzerinde üretilir;
- Üretme vasatı dökülür;
- Her pozitif kuyucuktan 100 µl/tube oranında inoküle edilir;
- 90 dakika boyunca 37°C±1°C sıcaklıkta inkübasyona bırakılır;
- İdame ortamından 1 mL eklenir;
- 37°C±1°C sıcaklıkta inkübasyona bırakılır;
- Sitopatik etkilerin ortaya çıkması mikroskopla günlük olarak gözlemlenir.

5.2.4.2. Hücrelerin sabitlenmesi

- Bir sitopatik etki yeteri kadar gelişmiş ise, hücresel tabaka kültürünün yüzeyindeki maddeler elimine edilip, PBS ile durulanır;
- 30 dakika boyunca metanol ile sabitlenir, derhal boyanır veya olmaması halinde %80'lik etanol içerisinde muhafaza edilir.

5.2.4.3 Hücrelerin boyanması

Hücresel tabaka sırasıyla aşağıdaki işlemlerden geçmektedir:

- Akan suda 5 kere ve daha sonra distile suda bir kere yıkanılır;
- 20 dakika boyunca hemalum banyosuna batırılıp daha sonra durulanılır;
- pembe renk elde edilene kadar klorhidrik alkol ile farklılaştırılır;
- musluk suyuyla 4 kere durulanılır ve preparat mavi renk olana kadar yaklaşık 30 dakika boyunca ortam sıcaklığında bırakılır;
- 10 dakika boyunca eozin banyosuna batırılır ve hızlıca distile su içerisinde yıkanılır;
- Ardışık olarak 2'şer dakika boyunca, %80, %90 oranında metanollü banyo, mutlak etanol banyosu ve son olarak toluen banyosu içerisinde batırılır;
- ortam sıcaklığında kurutulurlar.

Boyanmadan sonra, sitopatik lezyonların mikroskopla incelenmesi tespit edilen virüslerin ailesinin belirlenmesini sağlamaktadır.

Bir enterovirüsün in vitro hücrel kültürler üzerindeki sitopatik etkisi, hücreler düzeyinde çekirdeği sıkıştıran sitoplasmik eozinofil inklüzyonla karakterize edilmektedirler.

5.3. Enterovirüslerin sayımı

Karakterizasyondan sonra, inoküle edilmiş kuyucukların sayısına konfirme edilmiş (enterovirüslerin karakteristik sitopatik etki yaratan) pozitif kuyucukların sayısı oranlanır

6 Hesaplama

6.1. İzole edilmiş virüslerin sayımı

XP T 90-451 Standardının ekinde verilen yazılım (program) aracılığıyla, mL olarak, ekilmiş toplam hacim için En Muhtemel Sitopatik Ünite Sayısı (MPNCU) hesaplanır.

6.1.1. 1.inci konsantrenin bir fraksiyonunun alınmasıyla virüslerin sayılması

1.inci konsantrenin MPNCU'sü MPNCU₁ ve 2. inci konsantrenin MPNCU'sü de MPNCU₂.

Sonuçlar aşağıda belirtilen durumlara göre ifade edilmelidir:

$$* MPNCU_2 \geq MPNCU_1$$

Sonuç orijinalde litre olan su numunesinin hacminde bulunan sitopatik ünite sayısı olarak ifade edilmektedir (yani MPNCU₂).

$$* MPNCU_1 \geq MPNCU_2$$

Sonuç orijinalde litre olan su numunesinin hacminde bulunan sitopatik ünite sayısı olarak ifade edilmektedir (yani MPNCU₁).

6.1.2. 1.inci konsantrenin bir fraksiyonunun alınmadan virüslerin sayılması

Sonuç orijinalde litre olan su numunesinin hacminde bulunan sitopatik ünite sayısı olarak ifade edilmektedir (yani MPNCU₂).

6.2. İzole edilmiş enterovirüslerin sayımı

Yazılım aracılığıyla, ekilmiş konsantrenin tamamı için, mL olarak MPNCU'sü hesaplanır; yapılan hesapta sadece enterovirüslere tekabül eden MPNCU'lerin muhasebesi yapılır.

Sonuçlar orijinal su numunesinin hacminde bulunan litre olarak sitopatik ünite sayısı olarak ifade edilmektedir

7 Kontrol

Uygulanan kontroller aşağıda yer almaktadır ve talimatlarla açıklanmalıdır:

“Kullanılacak beef extract (sığır özütü) konsantrasyonunun kontrolü”

“Hücre süspansiyonunun konsantrasyonunun kontrolü (BGM) “

“Numune alma materyali dekontaminasyonunun kontrolü”

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
	YOK	

4.4.6. Analizin maliyeti

500-600 € arası

4.5 *Legionella spp* ve *Legionella pneumophila*'ların Araştırılması ve Sayımı

4.5.1. Amaç

Doğada oldukça yaygın olarak bulunan, ancak laboratuvarda üretilmeleri için özel şartlar gereken bu bakterilerin 40'dan fazla türü tanımlanmış ve bu türlerin yaklaşık 20 kadarının insanlarda hastalık yapabildiği kanıtlanmıştır. Klinikte en sık enfeksiyona neden olan tür *Legionella pneumophila*'dır; Lejyoner hastalığı ve Pontiac ateşi şeklinde iki farklı klinik tablodan sorumludur. Bunlardan Lejyoner hastalığı, risk grubu bireylerde ağır seyredabilen ve ölüm oranı yüksek bir enfeksiyon olup epidemik potansiyel taşıyıcıdır.

Legionella türlerinin doğadaki yerleşim ortamı sudur. İnsana yapay su sistemlerinden geçer. Havalandırma sistemlerinin soğutma kuleleri, sıcak su tankları, duş başlıkları ve musluklar, su tesisatında yaygın şekilde bulunabilen biyofilm katmanları, hastanelerde solunum terapisi ekipmanları insandaki enfeksiyonun en çok bilinen kaynağı olarak gözlenmişlerdir. *Legionella* bakterisi suyun aerosolize olarak havaya saçılması ile solunum yolundan veya doğrudan aspirasyon ile vücuda alınır.

4.5.2. Kapsam

Halk sağlığı açısından, başta *L.pneumophila* olmak üzere *Legionella* türleri sağlık riski oluşturmurlar. Ancak bunun için bakterinin öncelikle doğal ortamından şehir şebeke suyuna

geçebilmesi, insan yapımı su sistemlerinde tutunmak, yaşamak ve çoğalmak için uygun şartları bulması ve “duyarlı” bir konağa ulaşması gerekir.

Legionella'ların sulara mavi-yeşil algler ve suda serbest yaşayan amiplerle simbiyotik bir ilişki içinde oldukları; bu canlıların ortama saldıkları metabolizma ürünlerini karbon ve enerji kaynağı olarak kullandıkları, amiplerin içinde yaşayıp çoğalabildikleri, kimi zaman amip kistlerinin içinde paketlenmeleri ve ısı, dezenfektanlar gibi olumsuz çevre şartlarından bu sayede korunabildikleri bilinmektedir. Doğal sular, şehir şebeke suyu üretim tesislerinde çöktürme-filtrasyon-dezenfeksiyon gibi tekniklerle işlenirken, suyun tortu ve organizma içeriği büyük oranda tutulur. Ancak çok küçük miktarda da olsa bu işlemlerden -özellikle parazit kistleri içinde- kaçabilen *Legionella*'lar bina su sistemlerine ulaşırlar ve yerleşip çoğalma imkanı bulurlar.

Legionella türlerinin insandan insana bulaştığı gösterilememiştir. Bakterinin bulaşmasında her zaman çevresel bir rezervuarın rolü olduğundan, Lejyoner hastalığı çevresel enfeksiyon olarak da tanımlanır. Epidemik potansiyeli nedeniyle, bulaşıcı hastalık sürveyans sistemleri içinde izlenen, bildirim zorunlu bir hastalıktır. Özellikle otel ve hastane gibi büyük bina su sistemlerinden kaynaklanarak çok sayıda kişiyi etkileyebildiğinden seyahat-ilişkili Lejyoner hastalığı ve hastane-kaynaklı Lejyoner hastalığı formları için özel kontrol programları yürütülür. Sağlık Bakanlığı Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü (TSHGM) tarafından ilki 1996 yılında¹ yayımlanan ve 2001 yılında² yenilenen bir genelge ile, Lejyoner hastalığı ülkemizde de bildirim zorunlu hastalıklar arasına girmiştir. Genelge bilimsel esaslara göre düzenlenmiş olup, buna göre suların *Legionella* türlerinin varlığı açısından analizi, vaka incelemelerine paralel olarak, epidemiyolojik amaçlarla yapılır. Hastaneler hariç, eğer vaka bildirim söz konusu değilse bina su örneklerinin *Legionella* açısından düzenli aralıklarla incelenmesi gerekli görülmektedir; çünkü sonuç ne olursa olsun, bina su sistemlerinin minimum su hijyen standartlarını karşılaması ve *Legionella* kolonizasyonuna izin vermeyecek önlemlerin rutin olarak alınıyor olması gerekmektedir.

Ülkemizde sulardan *Legionella* türlerinin epidemiyolojik amaçlarla araştırılması Sağlık Bakanlığı tarafından yetkilendirilen laboratuvarlarla sınırlıdır. Bunlar başta RSHMB, Salgın Hastalıklar Araştırma Müdürlüğü, Ulusal *Legionella* Referans Laboratuvarı olmak üzere; İstanbul, İzmir, Antalya Bölge Hıfzıssıhha Müdürlükleri ve Muğla ile Alanya Halk Sağlığı Laboratuvarlarıdır. Merkez Referans Laboratuvarı standart uygulama prosedürlerini geliştirir, bu prosedürleri aktarmak üzere Bölge laboratuvarlarına eğitim verir ve periyodik aralıklarla eksternal kalite programları uygular.

¹ S.B. Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü, 30.05.1996 tarih ve 6076 sayılı “Lejyoner Hastalığı Kontrol Programı” Genelgesi

² S.B. Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü 01.05.2001 tarih ve 2001/34 sayılı “Seyahat İlişkili Lejyoner Hastalığı Kontrol Programı” Genelgesi

4.5.3. Standart

Legionella türlerinin su örneklerinde izolasyonu için standart laboratuvar prosedürleri RSHMB (Mart–2003), Salgın Hastalıkları Araştırma Müdürlüğü *Legionella* Araştırma ve Referans Laboratuvarı tarafından geliştirilmiştir.³

4.5.4 Prensip

Legionella'lar fekal kökenli olmadıklarından, *E.coli* bu bakterinin varlığını veya yokluğunu ortaya koymak için bir gösterge değildir.

Su örneklerinden tayinleri genellikle bir konsantrasyon safhası gerektirmektedir. Bu amaçla santrifugasyon veya filtrasyon kullanılır. Ayrıca *Legionella*'ların asite dayanıklı olma özelliklerinden yararlanılarak; sudaki diğer kontaminant mikroorganizmaları elimine etmek ve *Legionellaların* izolasyon şansını arttırmak için, suyun kirli olduğu durumlarda derişik bir asit çözeltisi (pH 2.2) ile işleme tâbi tutulması gerekir. Suyun kirlilik derecesi veya diğer su kökenli mikroorganizmalarla karışmış olma ihtimaline göre direkt ya da asitle karıştırıldıktan sonra ekim seçenekleri kullanılmalıdır.

RSHMB Referans Laboratuvarı prosedürlerinde su örnekleri, alındığı noktanın özelliğine göre değerlendirilir; direkt ekim, filtrasyon ile konsantrasyon ve asitle karıştırma işlemlerinden hangisinin veya hangilerinin uygulanacağı buna göre belirlenmiştir.³

Legionella türlerinin üremesi için gerekli şartları sağlayan besiyerleri oldukça zengin besleyici içeriğe sahip olduğundan diğer bakterilerin ve mantarların da üremesine izin verir. Bölünme süreleri uzun olduğundan yavaş ve müşkülpesent yapıları nedeniyle zor üreyen *Legionella*'ların üremesi, diğer mikroorganizmaların varlığında baskılanır. Bu nedenle her zaman zengin bir besleyici besiyerine (alfa ketoglutaratlı buffered charcoal yeast extract agar –BCYE) ekim yaptıktan başka paralel olarak kontaminant bakterilerin ve mantarların üremesini engelleyecek antibiyotikler içeren vasatlara da ekim yapılması kuraldır. Dolayısı ile hem temel besiyerinin hem de antibiyotikli besiyerinin kullanılması; her iki tür vasatın ayrıca hem doğrudan hem de filtre edilmiş ya da asitle muamele edilmiş örneklerle uygulanması gerekmektedir. Bu karmaşık işlemler silsilesi de *Legionella sp* izolasyonu ve identifikasyonunu pahalı hale getirmektedir.

4.6 Patojen stafilokok araştırması ve sayımı; membran filtreleme yöntemi (XP T 90-412 ve NF T 90-421)

4.6.1. Amaç

S. aureus derinin mikroflorasının ve insanların rhinopharynx'inin doğal bir bakterisidir. Dokularda çoğalma ve toksin üretme kapasitesi olmak üzere iki farklı mekanizma ile hastalık oluşturmaktadır.

³ Akbas E. *Legionella* türlerinin su örneklerinden izolasyonu için standart laboratuvar prosedürleri: Bölge Laboratuvarları Eğitim Programı Kitapçığı. Düzeltilmiş 2. baskı. RSHMB, Salgın Hastalıklar Araştırma Müdürlüğü, Mart–2003, Ankara

4.6.2. Kapsam

S.aureus çevrede oldukça yaygındır. Havuz suyu, SPA'lar ve genel olarak eğlence amaçlı kullanılan sulara temas yoluyla insanlara bulaşmaktadır. Aktif klora *E.coli*'den daha dayanıklı oldukları için .dağıtım sularında da tespit edilmiştir.

E.coli S. aureus'un varlığını veya yokluğunu ortaya koymak için iyi bir gösterge değildir. Bunlara özellikle havuz sularında bakılır.

4.6.3. Standartlar

Patojen stafilokok araştırması ve sayımı

Membran filtreleme yöntemi (XP T 90-412 ve NF T 90-421)

4.6.4. Prensip

- Su numunesinin belli bir hacmi membran filtreden geçirilir ve membran filtre seçici besiyerine konulur;
- 36°C ± 2°C sıcaklıkta 44saat ± 4saat inkübe edilir;
- Tanımlanan tipik koloniler tespit edilir ve doğrulanır;
- Doğrulananan tipik koloniler sayılır.

Patojen stafilokoklar

Mannitollü Chapman seçici besiyerinde 36°C sıcaklıkta ve 44 saatte tipik görünümlü koloniler oluşturan, tavşan plazması için bir koagülaza sahip ve mikroskopik incelemede Gram (+) kok olarak görülen bakteriler, patojen stafilokok olarak kabul edilmektedir.

4.6.5 Kalite uygulaması: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler:

- Yöntem (uygulama alanı, muhafaza sıcaklığı ve süresi)
- İnkübasyon sıcaklığının 36°C ± 2°C'de harmonizasyonu
- Okuma ve sayım: beyaz, sarı ve turuncu renkteki tipik kolonilerin dikkate alınması
- Doğrulama ve sayım: koagülaz testi için negatif kontrolün gerçekleştirilmesi ve ekilecek tipik koloni sayısı hakkında ayrıntılı bilgi

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standart</u>
Filtrelenebilir bütün su çeşitleri, özellikle havuz suları, insani tüketim amaçlı sular, sağlık kuruluşları binalarının suları ...	XP T 90-412 Haziran 2006 NF T 90-421 Ağustos 2006

<u>Muhafaza</u> Cam veya polietilen numune şişeleri	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> Mutlaka numunenin alındığı gün ve en kısa sürede analiz yapılır
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numunenin alınmasından analiz edilmesine kadar: 5°C ± 3°C	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/100ml

2. Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3. Prensi (yukarıya bkz.)

4. Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptone su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Chapman Agar:

Doğrulayıcı kültür ortamları

- Glukozsuz PCA Agar veya Nutrient Agar
- Brain-heart buyyonu:
- Tavşan plazması:

5. İşlem şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvarda hazırlanan Kullanım Talimatı doğrultusunda numunenin 100 mL'si membran filtreden geçirilir;
- Membran filtre, altta hiçbir hava kabarcığı kalmayacak şekilde mannitollü Chapman besiyeri üzerine yerleştirilir.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriyer 36°C ± 2°C sıcaklıkta 44saat ± 4saat inkübe edilir.

Okuma ve sayım

- Bacillus cinsinden bakterilere tekabül eden mukozalı iri kolonileri ayırarak, sarı bir hale ile çevrelenmiş farklı tiplerdeki beyaz, sarı veya turuncu koloniler karakteristik koloni olarak kabul edilir.
- Her türdeki karakteristik koloni için, kullanım talimatı gereğince Gram boyaması yapılır ve kok şeklindeki bütün koloniler şüpheli olarak kabul edilir.

Patojen stafilokokların doğrulaması ve sayımı

Ekimler mutlaka tespit edilmiş bütün şüpheli koloniler üzerinde yapılmamaktadır.

Ekimi yapılacak kolonilerin sayısı aşağıdaki şekilde belirlenmektedir:

Eğer N şüpheli koloni sayısı ise, X ekilecek koloni sayısıdır (her tür koloni için):

$1 \leq N \leq 5$	$X = N$
$5 < N \leq 25$	$X = 5$
$25 < N$	$X = \sqrt{N}$ üst tam sayıya yuvarlayarak

Ekimler kolonilerin TPSde süspanse hale getirilmesiyle gerçekleştirilmektedir.

- Kok olarak tanımlanmış şüpheli her koloni Brain-heart buyyonu'na ekilir ve 21saat ± 3saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir;
- Hemoliz tüpü içerisinde, 0,5 mL tavşan plazmasına 0,5 mL Brain-heart buyyon kültürü eklenir. Karışım 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir.
- *Staphylococcus aureus* suşları plazmanın 4-24 saat arası değişen bir süre içerisinde koagülasyonuna neden olur. 4 saat ve 24 saatlik inkübasyondan sonra okuma işlemi gerçekleştirilir;
- Coagulum başlangıçta sıvının oluşturduğu hacmin ¼'ünden fazlasını kapsıyor ise, koagülasyon gösterilen tüpler pozitif olarak kabul edilir. Reaksiyon 4 saatlik inkübasyondan sonra pozitif ise, işlem sürdürülmez;
- Kok olarak tanımlanan ve tavşan plazması için bir koagülaz içeren koloniler, patojen stafilokok olarak kabul edilir.

Bir negatif koagülasyon kontrolünün yapılması (her bir doğrulama dizisi için bir kontrol)

- Hemoliz tüpü içerisinde, 0,5 mL tavşan plazmasına 0,5 mL steril Brain-heart buyyonu eklenir;
- Karışım 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir. Kontrol tübünde koagülasyon belirtisi görülmemelidir.

Bir pozitif koagülasyon kontrolünün yapılması (haftalık kontrol)

Pozitif kontrol haftalık kalite kontrolü kapsamında, izole edilen *Staphylococcus aureus* kolonisi üzerinde gerçekleştirilen koagülasyon deneyinden oluşmaktadır.

Sonuçların yorumlanması:

Gram	+		-
Koagülaz	+	-	
Sonuçlar	Patojen Stafilokok	Patojen Olmayan Stafilokok	0

6. Kontrol

Uygulanan kontroller “Membran filtrelemenin genel metodu” adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs).

7. Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmekte ve , sayı, Koloni Üreten Üniteler veya Koloni Oluşturan Üniteler (CFU) şeklinde ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır:

Patojen Stafilokok n CFU / 100ml

ve sadece talep üzerine:

Patojen Olmayan Stafilokok n CFU / 100ml

Sonuç aşağıdaki şekilde hesaplanmaktadır:

$$N = ((ni.ci) / ri$$

ni: membran üzerindeki **tipik şüpheli** koloni sayısı;

ci: ekimi yapılmış ve **doğrulanmış tipik koloni** sayısı;

ri ekimi yapılmış **tipik** koloni sayısı.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarda hazırlanmış belgeler üzerinde belirtilmektedir

8. Standarta kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
YOK	YOK	YOK

4.6.6 Analizin Maliyeti

9,00 - 23,90 € arası

4. BÖLÜM

KİMYA ANALİZLERİ

Alt Bölüm 1

GENEL PARAMETRELER ANALİZİ

1.1 Çözünmüş florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının sıvı iyon kromatografisi ile tayini (TS ISO 10304-1: Az kirlenmiş sular için metot)

1.1.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler suların jeokimyasal açıdan tanımlanmasına ve bazı zirai ya da evsel kirliliklerin kaynağının araştırılmasına yardımcı olmaktadır. Miktarı yüksek bu anyonların araştırılması suların kimyasal yapılarına ilişkin bilgilerin toplanmasına ve insani tüketim amaçlı suların içilebilirlikleri açısından standartlara uygunluğunu denetlenmesini amaçlamaktadır.

1.1.2. Kapsam

Halk sağlığı açısından bu anyonların kullanım sularında var olması sakınca teşkil etmemektedir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki iyonlardan florür için 1.5 mg/L, nitrat için 50 mg/L, nitrit için 0.1 mg/L, sülfat için 250 mg/L değerlerini aşmamalıdır.

Bu iyonlar ile ilgili araştırmalar, zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçların neden olduğu sulardaki jeokimyasal kaynağı ve özellikle nitratların neden olduğu enfeksiyon kaynaklarını belirlemeye ve bu bileşenleri imha ederek ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

1.1.3. Standartlar

Çözünmüş florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının sıvı iyon kromatografisi ile tayini (TS ISO 10304-1: Az kirlenmiş sular için metot)

1.1.4. Prensip

İyonların ayrımı sıvı kromatografi yöntemi ile ayırma kolonları kullanılarak yapılır. Durgun faz olarak düşük kapasiteli anyon değiştirici ve eluent olarak zayıf monobazik ve dibazik asit-

lerin tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Tespit işlemi yaygın olarak kullanılan iletkenlik dedektörü ile yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, polietilen kaplı ya da deiyonize suyla çalkalanmış PTFE kaplı şişelere alınır.

Numune analize kadar 4 °C - 6 °C'ye soğutulmuş kapalı bir alanda ışıktan uzak olarak bekletilir. Numune laboratuvara geldikten sonra membran filtreden (göz açıklığı 0.45 µm) süzülerek anyonların partikül madde üzerinde adsorpsiyonu veya bakteriyel gelişme nedeniyle anyonların dönüşümü önlenir. Membran kullanıldığında numunenin kirlenme riskini önlemek için numune süzütüsünün ilk kısmı atılır. Eğer nitrit tayini yapılacak ise şişeler tamamen doldurulur.

Kalibrasyon ve Doğrulama

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması :

Florür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat, klorür ve sülfat iyonlarının tayini için 1000 mg/L ana stok çözeltisinden florür, nitrit, ortofosfat ve bromür iyonları için 0.1 mg/L – 1 mg/L aralığında, nitrat, klorür ve sülfat iyonları için 1 mg/L – 10 mg/L aralığında kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri 1000 mg/L ana stok çözeltiden başlanarak hazırlanır.

İçerisinde kör, kalibrasyon çözeltilerinin, kontrol çözeltilerinin , analizi yapılacak numunelerin ve her 10 numune için kontrol noktalarını içeren ölçümlerin yapıldığı bir analiz serisi hazırlanır. Her anyonun miktar tayini için hazırlanan standart serinin konsantrasyonlarına karşılık gelen okumalardan anyonların miktarı belirlenir.

Analiz

- Standartların ve numunelerin enjekte edilmesi
- İyon kromatografisi ile iyonların ayrıştırılması
- İletkenlik dedektörü ile tarama
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: kalibrasyon, kör, kontrol noktaları, numune

Bileşenlerin tanımlanması

- İyonlar kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

1.1.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yer altı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> -ISO 10304-1, TS EN ISO 10304-1 <u>Diğer yöntemler:</u> -Nitrat/ nitrit: EN ISO 13365 (sürekli akış) -Nitrat: ISO 7890-3 (Spektrometrik yöntem) -Sülfat: ISO 22743 (sürekli akış) -Klorür: EN ISO 15682 (sürekli akış)
<u>Muhafaza</u> - Numuneler polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir. -0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> -Numune alınımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılır. -4° C – 6 °C arasındaki sıcaklıkta muhafaza edilir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤ 10°C'deki soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 5°C ± 3°C veya 4°C-6°C arasındaki sıcaklıktaki soğuk odada muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.05 ile 0.1 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3. Amaç (bkz. yukarı)

4. Materyal, Reaktifler

Araç ve gereçler

- Pipetler, mikropipetler, etüv, desikatör, balon joje, 0.45 µm' lik membran filitre, polietilen ve PTFE'den yapılmış numune alma şişeleri
- İlekenlik dedektörlü iyon kromatografi cihazı
- Ayırma kolonu, önkolon

Reaktifler

- 0.1 µS / cm altında iletkenliğe sahip deiyonize su
- Gaz: helyum
- 1000 mg/L florür, klorür, bromür, nitrit, nitrat, sülfat, ortofosfat içeren ana standart çözeltiler
- Genellikle potasyum karbonat/ potasyumbikarbonat çözeltileri

5. Uygulama

- Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre ile süzülür.
- Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.
- İçerisinde kör, kalibrasyon çözeltilerinin, kontrol çözeltilerinin , analizi yapılacak numunelerin ve her 10 numune için kontrol noktalarını içeren ölçümlerin yapıldığı bir analiz serisi hazırlanır.
- Çalışma aralığına uygun 5 ile 10 tane kalibrasyon çözeltisi, stok çözeltiden veya karışık standart çözeltiler kullanılarak hazırlanır. Her numune için uygun kalibrasyon eğrisi çizilerek ölçüm yapılır.

6. Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir ve numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır. Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü yapılır.(numaralandırma kontrolü)
- Kolonda iyon ayrımı denetlenir.
- İyonlar kolonda alıkonma zamanına göre tanımlanır.

7 . Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.1.6. Analiz Maliyeti

30 € ile 60 € arasında

1.2. Amonyum Tayini

(ISO 7150 – 1: Spektrofotometrik mavi indofenol yöntemi)

1.2.1. Amaç

Bu kimyasal parametrenin araştırılması ile tarımsal ya da evsel atıkların kaynağının belirlenmesini sağlar.

1.2.2. Kapsam

Amonyum iyonunun insani tüketim amaçlı sularda bulunması bu suların kalitesinin bozulduğunun göstergesidir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki amonyum miktarı 0.1 mg/L değerini aşmamalıdır.

Bu iyonun araştırılması ile; insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan atık su ve diğer sulardaki tarımsal kökenli kirlenmelerin saptanmasına ve kirlilikleri ortadan kaldırılarak suların korunmasına olanak sağlanmaktadır.

1.2.3. Standartlar

(ISO 7150-1 : Spektrofotometrik mavi indofenol yöntemi ile amonyum tayini)

1.2.4. Prensiptir

Amonyum iyonları alkali ortamda, nitroprussid katalizörlüğünde fenol ve hipoklorit ile etkileşimiyle oluşan indofenol bileşiği ile belirlenir.

Amonyum iyonu konsantrasyonuna bağlı olarak meydana gelen renklenme 630 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçülür.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen şişelere veya deiyonize sudan geçirilmiş PTFE şişelere alınır.

Numuneler taşıma sırasında 4 °C - 6 °C' de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak korunmalıdır.

Numuneler, 5 °C civarında bir sıcaklıkta muhafaza edilerek numune alımından sonra mümkün olan en kısa süre içerisinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon yöntemi: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- 1 g/L NH₄⁺ stok çözeltisi
- 100 mg/L NH₄⁺ ve 10 mg/L NH₄⁺ ara çözeltiler

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri deiyonize su kullanılarak 1g/L NH₄⁺ stok çözeltisinden hazırlanır.

Okuma işlemi 0.1 mg/L ve 1 mg/L aralığında NH₄⁺ için 10 mm'lik kuvars küvette ile, 0.01 mg/L ve 0.2 mg/L aralığında NH₄⁺ için 50 mm'lik kuvars küvette kullanılır.

Analiz

- Standart kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler (örnek alımı < 20 mL)
- Fenol çözeltilerine, nitroprussiyat ve kompleks oluşturucu çözeltilerin her birine 1 mL reaktif ilave edilir.
- Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler 630 nm'de spektrofotometre ile ölçülür.
- Analiz kalibrasyon çözeltileri, körler, kontrol noktaları, numune okuma şeklinde gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L NH₄⁺ olarak ifade edilir.

1.2.5 Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartları</u>
Yöntem, insani tüketim amaçlı sularda ve deniz sularında amonyum tayinine uygulanır. Bulanık ve renkli sulara uygulanamaz.	- ISO 7150-1 - Diğer yöntem: EN ISO 14911 (iyon kromatografisi); EN ISO 11732

Muhafaza -Numuneler polietilen ya da PTFE kaplı şişede muhafaza edilir. -Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	Muhafaza koşulları -Numune alındıktan sonra mümkün olan en kısa sürede analiz edilmelidir. -4° C – 6 °C'de muhafaza edilir -Kör reaktif hazırlanmalıdır. Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤10°'de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5°C ± 3° veya soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.002 mg/L-0.005mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/ L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri, analiz çözeltileri ve reaktifler özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Amaç (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

- Spektrofotometre , pipet, mikropipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre, polietilen ve PTFE kaplı numune alma şişeleri.

Reaktifler

- Deiyonize su
- 1 g/L, 100 mg/L ve 10 mg/L NH₄⁺ standart çözeltileri
- Alkali çözelti (renkli): 800 mL su + 20 g sodyumhidroksit + 380 g trisodyum sitrat + 4 g dikloroizosiyamik asit deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır ve yaklaşık 4 °C' de saklanır.
- Fenol ve nitroprussid çözeltisi: 35 g fenol ve 0.4 g sodyum nitroprussid 1 litreye deiyonize su ile tamamlanır, yaklaşık 4 °C' de kahverengi cam şişede muhafaza edilir.

5. Uygulama

- Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.

- 20 mL örnek alınır.
- 1 mL fenol ve nitroprussid çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır.
- 1 mL alkali çözelti ilave edilir, çalkalanır ve 6 saat boyunca karanlıkta etkileşime bırakılır.
- Sıfır ayarı yapıldıktan sonra 630 nm'de spektrofotometre ile okuma yapılır.

Analitik aralığını, standart ve kontrol çözeltilerini, referans çözeltilerini, analiz edilecek numuneleri ve 10 numunede bir kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir, numunenin belirlenen standart aralığında olduğu kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini kalibrasyon eğrisine göre yapılır.

Sonuçlar mg/L NH_4^+ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.2.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.3. Nitrit Tayini

(ISO 26 777: Moleküler emme spektrofotometrik yöntemi)

1.3.1. Amaç

Bu kimyasal parametre ile tarımsal ya da evsel kirliliklerin araştırılması amaçlanmaktadır.

1.3.2. Kapsam

Halk sađlıđı aısından, nitrit iyonunun insani tüketime amaçlı sularda bulunması su kalitesinin bozulduđunun bir göstergesidir. İnsani tüketim amaçlı sularda nitrit miktarı 0.1 mg/L deđerini aşmamalıdır.

Bu iyonun araştırılması ile insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan atık su ve diđer sulardaki tarımsal kökenli kirlenmelerin saptanmasına ve kirlilikleri ortadan kaldırılarak suların korunmasına olanak sağlanmaktadır.

1.3.3. Standartlar

Nitrit Tayini (ISO 26 777 moleküler emme spektrometrik yöntem)

1.3.4. Prensipler

Ortofosforik asit ile pH'ı 1.9'a ayarlanmış ortamda 4-amino-benzen sülfonamid ortamda bulunan nitrit iyonu ile diazonyum tuzu oluşturur. Oluşan diazonyum tuzu 1-(N-naftil)-1,2-diklordiaminoetanhidrat ile pembe renkli bir çözeltide verir. Renklenmeye bađlı olan nitrit iyonlarının miktarı 540 nm'lik dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçülür.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler deiyonize sudan geçirilmiş cam ya da polietilen kaplı şişelere alınır.

Taşıma sırasında, 2 °C - 5 °C' de sođutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak muhafaza edilmelidir.

Numuneler alındıktan sonra, mümkün olan en kısa sürede en fazla 24 saat içerisinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve dođrulama

- Kalibrasyon: 0.005 mg/L – 0,25 mg/L N aralığında
- 100 mg/L N olan stok çözelti
- 1mg/L N olan ara stok çözelti

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri, 1mg/L N stok çözeltilerden hazırlanır.

Kalibrasyon çözeltileri, 0.005 mg/L ve 0.25 mg/L N aralığında 50 mm'lik kuvarstaki kuvvetlerde okunur.

Analiz

- Standart kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler (örnek alımı:< 40 mL),

- 1 mL renkli reaktif çözeltisi ilave edilir.
- Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler 540 nm dalga boyunda spektrofotometre ile ölçülür.
- Kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol noktaları ve numune sırasına göre okuma yapılır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L N ya da mg/L NO₂ olarak ifade edilir.

1.3.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan nitritlerin tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 26 777
<u>Muhafaza</u> - Numune cam veya polietilen şişelerde muhafaza edilir. - Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzme yapılır.	<u>Muhafaza koşulları</u> -Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz edilmelidir. -2-5 °C'de en fazla 24 saat muhafaza edilir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5 ± 3°C veya 2 -5°C arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.002 mg/L N ya da 0.005 mg/L NO ₂	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L N ya da mg/L NO ₂

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Amaç (Bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve Gereçler

- Spektrofotometre , pipet, mikropipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre, cam veya polietilen numune alma şişeleri.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Ortofosforik asit
- Renkli reaktif: 40 ± 0.5 g amino-4- benzensülfonamid + 100 ± 1 mL ortofosforik asit + 500 ± 50 mL deiyonize suda çözülür. 2 g n-naftil-1-diklorhidrat, diamino-1,2 etan, elde edilen çözeltide çözünür ve deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır ve yaklaşık 4 °C'de saklanır.
- 100 mg/L ve 1 mg/L N kalibrasyon çözeltileri.

5 Uygulama

- Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.
- 40 mL örnek alınır.
- 1 mL renkli reaktif çözeltisinden ilave edilir ve çalkalanır.

pH'nın 1.9 ± 0.1 olduğu kontrol edilir. 50mL'ye tamamlanır ve en az 20 dakika renklenmenin gerçekleşmesi için beklenir. Sıfır ayarı yapıldıktan sonra 540 nm dalga boyunda spektrofotometre ile ölçüm alınır.

Analitik aralığını, standart ve kontrol çözeltilerini, referans çözeltilerini, analiz edilecek numunelerini ve 10 numunede bir kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir, numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi okutulur.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini kalibrasyon eğrisine göre yapılır.

Sonuçlar mg/L N yada mg/L NO₂ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.3.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.4. İyon Kromatografi ile Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ Ba²⁺ Tayini

(EN ISO 14911 iyon ayrışım iyon dozu: Su ve atık sularda uygulanabilen yöntem)

1.4.1. Amaç

Bu katyonların tayini ile Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺ ve K⁺ içeren sular jeokimyasal ve fizikokimyasal açıdan nitelendirilmektedir.

Bu araştırmalar ile su içerisindeki kimyasal bileşikler ve insani kullanım amaçlı suların standartlara uygun olup olmadığı kontrol edilir.

1.4.2. Kapsam

Halk sağlığı açısından, kullanım sularında bu tür katyonların bulunması bir risk teşkil etmemektedir. İnsani kullanım amaçlı sularda Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺ ve K⁺ mg/L birimleri ile ifade edilir.

Bu bileşenler ile ilgili araştırmalar, sularda bu iyonların kaynağını belirlemeyi amaçlamaktadır.

1.4.3. Standartlar

İyon Kromatografi ile Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ ve Ba²⁺ iyonlarının tayini : Su ve atık sularda uygulanabilen yöntem.

1.4.4. Prensip

İyonların ayırımı sıvı kromatografi yöntemiyle ayırma kolonları kullanılarak yapılır. Durun faz olarak düşük kapasiteli katyon değiştirici ve eluent olarak monobazik ve dibazik asit tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Tespit işlemi yaygın olarak kullanılan iletkenlik dedektörü ile yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen şişelere alınır.

Göz açıklığı 0.45 µm olan filtrelerden süzülen numunenin pH'ı 3 ± 0.5 olacak şekilde nitrik asit ile asitlendirilir.

Numuneler nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6°C arasında soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir. Numuneler en kısa sürede analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Stok çözelti
- Analizi yapılan katyonlar: 0,1-1 mg/L K^+ , Mg^{++} , Na^+ ve NH_4^+ ; 0,2-2 mg/L Ca^{++}
- 1 g/L ana stok çözeltilerden K^+ , Na^+ , NH_4^+ kalibrasyon çözeltileri hazırlanır. 0.001 mol/L HNO_3 ile asitlendirilmiş 1 g/L ana stok çözeltisinden Ca^{++} , Mg^+ çözeltileri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri ana stok çözeltilerden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Kalibrasyon çözeltisi, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler
- İyon kromatografisi ile iyonların ayrılması
- İyonların tespiti iletkenlik dedektörü ile yapılır.
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: standartlar, kontrol noktaları, numune, değerlendirme

Bileşenlerin tanımlanması

- İyonlar kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir

1.4.5.Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, atık ve insani tüketim amaçlı sularında Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} ve Ba^{2+} katyonların tayininde kullanılır.	Referans standardı - EN ISO 14911
Muhafaza -Numuneler PTFE veya polietilen şişelerde muhafaza edilir. - 0.45 μm diyaframdan filtre edilir. - pH 3.0 ± 0.5 olacak şekilde nitrik asit ile asitlendirme yapılır.	Analizden önceki muhafaza süresi - $4^\circ C - 6^\circ C$ 'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^\circ C$ ' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar $4^\circ C - 6^\circ C$ arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.1-0.5 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

-Pipetler, mikro pipetler, etüv, desikatör, ölçülü balon, 0.45 μm göz açıklığı olan filtreleme cihazı, polietilen ve PTFE numune alma şişeleri

İletkenlik dedektörlü iyonik kromatografi cihazı

- Ayırma kolonu, ön kolon

Reaktifler

- 0.1 µS / cm' lik deiyonize su
- Gaz: helyum
- 1 g/L'lik standart çözeltiler Ca, Mg, Na, K, NH₄
- 0.02 mol/L sülfonikmetan asit çözeltisi eluent olarak kullanılır.

5 Uygulama

Numuneler göz açıklığı olan 0.45 µm filtreden süzülür.

Kromatografik sistemin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığı: Kalibrasyon çözeltileri, analiz edilecek numuneler, 10 numuneden sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

6 Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi okutulur.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.4.6. Analiz Maliyeti

30 € ile 60 € arasında

1.5. Klorür Tayini

(ISO 9297: Klorür Tayini-Kromat indikatörü yanında gümüş nitrat ile titrasyon: Mohr Yöntemi)

1.5.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler suların jeokimyasal ve hidrojeolojik olarak nitelendirmesini amaçlamaktadır.

Klorür'ün araştırmasıyla, su içerisindeki kimyasal bileşikler ve insani tüketim amaçlı suların standartlara uygun olup olmadığı belirlenmektedir.

1.5.2. Kapsam

Halk Sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sularda klorür iyonunun bulunması, bu sulara tuzlu suların karıştığını göstermektedir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki klorür miktarı 250 mg/L'yi aşmamalıdır. Bu iyonların araştırılması, ham sulardaki veya insani tüketim amaçlı suların sanayi kökenini, tuzlu su karışması sonucu oluşan ya da jeokimyasal olarak değerlendirilen kontaminasyonların saptanmasını sağlamaktadır.

1.5.3. Standartlar

Klorür Tayini (ISO 9297: Kromat indikatörü yanında gümüş nitrat ile titrasyon: Mohr Yöntemi)

1.5.4. Prensip

Klorür iyonları gümüş iyonları ile reaksiyona girerek gümüş klorür katası oluşur. Bu reaksiyona göre klorür iyonlarının miktarı belirlenir. Gümüş iyonlarının fazlası eklenir ve bu iyonların fazlası kromat iyonları ile kahverengi kırmızı karışımında gümüş kromat bileşimini oluşturur.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler deiyonize sudan geçirilmiş PTFE ya da polietilen kaplı şişelere alınır.

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6°C arasında soğutulmuş bir kaptaki, ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir. Bunlar göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- 1 g/L Cl⁻ ana stok çözeltisinde kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.
- Kalibrasyon aralığı: 5 mg/L – 400 mg/L

Titrasyon

0.02 mol/L klorür kalibrasyon çözeltisinden 100 mL alınır.

1 mL potasyum kromat çözeltisi eklenir ve 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisiyle kırmızı kahve renk gözlenene kadar titre edilir.

Analiz

100 mL numune alınır.

1 mL potasyum kromat solüsyonu eklenir ve 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisiyle kırmızı kahve renk gözlenene kadar titre edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L Cl⁻ olarak ifade edilir.

1.5.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, tatlı sulardaki klorür'ün tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9297
<u>Muhafaza</u> -Numuneler polietilen ya da PTFE kaplı şişelere alınır. -Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'ki soğuk odada tutulmalıdır.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 5 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L Cl

2 Güvenlik

<u>ÖNLEMLER VE GÜVENLİK</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

25 mL büret, pipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre, polietilen ve PTFE kaplı numune alma şişeleri.

Reaktifler

- Deiyonize su
- 1 g/L Cl stok çözelti
- 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisi: Kurutulmuş gümüş nitrattan 3.3974 g tartılarak deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.
- 0.02 mol/L klor ve sodyum çözeltisi: Kurutulmuş sodyum klorürden 1.1688 g tartılarak deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.
- 100 g/L potasyum kromat çözeltisi: 100 mL su içine 10g potasyum kromat ilave edilir.
- 0.1 mol/L nitrik asit
- 0.1 mol/L sodyum hidroksit çözeltisi

5. Uygulama

Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre ile süzülür.

Analitik aralığı: kalibrasyon çözeltileri, kör analizi, analiz edilecek numuneleri, 10 numunenin son kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Numunelerin pH'nın 5 ile 9 arasında olduğu kontrol edilmelidir.

1 mL potasyum kromat indikatör çözeltisi eklenir.

Çözelti, kırmızı kahve renk gözlenene kadar gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilir.

Sodyum klorür çözeltisi kontrol olarak kullanılır.

Deiyonize su ile bir kör analiz yapılır.

6 Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analizi
- Çözeltinin kontrolü

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini, elde edilen titrasyon sonuçlarından yola çıkılarak, aşağıda belirtilmiş olan formüllerin kullanılmasıyla yapılır:

Klorür konsantrasyonu= $(V_s - V_b) \cdot c \cdot f / V_a$

V_s : Numune için harcanan gümüş nitrat çözeltisinin hacmi

V_b : Kör için harcanan gümüş nitrat çözeltisinin hacmi

c: mol/L şeklinde ifade edilen gümüş nitrat çözeltisinin bağıl konsantrasyonunun sodyum klorür çözeltisi ile belirtilmesi

f: Çevirme faktörü: 35453 mg/mol

V_a : Numunenin hacmi (100 mL)

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.4.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 8 € arasında

1.6. Suda Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini

(TS 8195 EN 1484 Standardı: Su Kalitesi-Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini)

1.6.1. Amaç

Toplam organik karbon (TOK), suda bulunan çözünmemiş organik madde ve çözünmüş karbon içeriğinin ölçüsüdür.

Bu maddeler yerel atık sulardan kaynaklanabilmektedir.

1.6.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sularda organik karbon bulunması bu suların organik maddelerle kontamine olduğunu göstermektedir. Organik karbon araştırmaları organik kontaminasyon kaynaklarının ortaya çıkarılmasına olanak tanımakta ve ham sular veya insani tüketim amaçlı suların nitelendirilmesine katkıda bulunmaktadır.

1.6.3. Standartlar

Sulardaki toplam organik karbon maddeleri ile çözülmüş organik karbon maddelerin saptanmasına dayanır.

(TS 8195 EN 1484 Standardı:Su Kalitesi-Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözülmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini)

1.6.4. Prensip

Numune 97°C'lik reaktöre enjekte edilir. Toplam organik karbon tayininden önce inorganik karbonları uzaklaştırmak için (karbonat, bikarbonat) numune asitlendirilir (fosforik asit ile) ve karbon dioksitsiz ve organik bileşik ihtiva etmeyen bir gaz geçirilerek inorganik karbonlar uzaklaştırılır: Organik maddelerin fazlası taşıyıcı azot gazı ile CO₂'ye dönüşür.

Daha sonra kuvvetli bir oksidan karışımı (sodyum persülfat/sodyum periodat) 97°C'deki reaktörde bulunan asitlendirilmiş numuneye ilave edilir: sıvı fazdan gaz fazına çıkarılamayan organik karbon CO₂'ye dönüştürülür.

Numune inert azot gazı ile temizlenir, CO₂ ile reaksiyona giren buharlaşmış gazlar sonucu organik karbon oksidasyonu gerçekleşir. Bu maddeler bir tüp üzerinde kurutulur ve kızıl ötesi bir analizöre yönlendirilir.

Atıl gazlar (azot) numuneye ilave edilir, geçiş gazı oksidasyon ile CO₂'den elde edilen organik karbon maddeleri, bir borudan geçirilerek kurutulur ve buradan da analizatöre yönlendirilerek gönderilir.

NCOP ölçülen organik karbondur.

Tanımlar

- **Toplam Karbon (TK)** = Suda bulunan elementel karbon, organik ve inorganik bileşiklerdeki karbonun toplamıdır.

- **Toplam Organik Karbon (TOK)** = Sudaki organik karbonun, çözülmüş veya askıda katı hallerinin toplamıdır. Toplam organik karbon içerisinde siyanat, elementel karbon ve tiyosiyanat da bulunabilir.

- **Çözülmüş İnorganik Karbon (TİK)** = Su içerisindeki elementel halindeki karbon , toplam karbondioksit, siyanür, siyanat ve tiyosiyanat karbonların toplamıdır.

- **Çözülmüş Organik karbon (ÇOK)** = Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülen organik karbonların tamamıdır. Siyanat ile tiyosiyanat da bu değer içinde bulunabilir.

- **Uçucu Organik Karbon (UOK):** Gaz fazına dönüştürülebilen organik karbonlardır .

- **Uçucu Olmayan Organik Karbonlar (UOOK):** Gaz fazına dönüştürülemeyen organik karbonlardır.

Numune alma ve hazırlanması

Su numuneleri cam kaplara tamamen dolu olacak şekilde alınır ve biyolojik aktiviteden şüphelenilir ise sülfirik asit ile pH 2'ye ayarlanır. Numune karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.

Filtrasyon işlemi numune alımından sonra yapılmamış ise çözünmüş organik karbon tayininden önce çözünmemiş organik maddelerden arındırmak için göz açıklığı 0.45µm olan membran filtreden süzülür.(Filtrasyondan önce birkaç mL'lik numune ile filtre yıkanır.)

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: 0.5 mg/L – 10 mg/L
- 1 g/L TOK ana stok çözelti

Analiz

- Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması
- Numunelerin hazırlanması
- TOK- metrenin kalibrasyonu
- Numune analizi
- Kalite kontrolleri: kör analiz, çözelti kontrolü

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L C olarak ifade edilir

1.6.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, tatlı sulardaki organik karbonların tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9963-1
<u>Muhafaza</u> - Numuneler cam şişelere tamamen dolu olacak şekilde alınır (su numunesi pH'ı 2'olacak şekilde sülfirik asitle asitlendirilir) Numuneler karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır.

Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^{\circ}$ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C - 6°C 'ki soğuk odada tutulmalıdır.	
Ölçüm sınırı 0.5 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/L C

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensi (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Araç ve gereçler:

- Karbon analizatör örn: 1010 OI-ANALYTICAL
- Oto-sampler, örn: 1051 OI-ANALYTICAL,
- WinTOC bilgisayar yazılımı örn: versiyonu 4.1.

0.1 mg hassasiyette terazi (Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması için)

0.01 g'lik hassasiyette terazi (Oksidasyon reaktif çözeltilerinin hazırlanması için)

Reaktifler

"Analiz sırasında" saflık derecesi yüksek reaktifler kullanılmalıdır.

Reaktifler, kalibrasyon çözeltileri hazırlanırken ve seyreltmeler yapılırken deiyonize su kullanılmalıdır.

- azot kalitesi N50
- sodyum persülfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$
- sodyum periyodat NaIO_4
- % 85'lik ortofosforik asit
- potasyum hidrojen ftalat $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$

• Bakır ftalosiyenin tetrasülfonik asit (tetrasodyum tuzu, $\text{C}_{32}\text{H}_{12}\text{CuN}_8\text{S}_4\text{Na}_4$): 100mL balon jöjeye bu maddeden 0.0256g tartılır ve 70 mL'e deiyonize suda çözünür, son hacim de-mineralize su ile 100mL'e tamamlanır.

DİKKAT: BU REAKTİF TOKSİKTİR

Bu çözelti 100 mg/L organik karbon (teorik değer) ihtiva eder.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 2 hafta saklanır.

- **Persülfatlı oksidasyon reaktifi ve meta periyodat hazırlanması**

185 gram sodyum persulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ve 15 gram sodyum metaperiyodat NaIO_4 tartılır.

Bu kimyasallar 1 litrelik balon joje içerisine konur ve taze deiyonize su ile hacim 1 litreye tamamlanır.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 1 yıl saklanır.

- **Ortofosforik asit ile asitlendirme reaktifinin hazırlanması**

1 litrelik ölçekli balon joje içerisine 500mL'e deiyonize su konur. Üzerine %85'lik ortofosforik asit çözeltisinden 50 mL'e yavaşça ilave edilir ve son hacim deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.

Açığa çıkacak ısıya dikkat edilmeli ve çözeltinin etrafa sıçramamasına önem verilmelidir.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 1 yıl saklanır.

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri potasyum hidrojen fitalattan hazırlanmaktadır.

Çözeltilerin hazırlanmasında kullanılacak deiyonize su taze olmalıdır.

1000 mg/L' lik ana stok çözeltisi:

Yaklaşık 2,130 gram potasyum hidrojen fitalat (105°C 'de 1 saat kurutulur) tartılır.

Bu madde 1L'lik balon joje içerisine konur ve üzerine 500 mL deiyonize su ilave edilerek karışım homojen hale gelene kadar iyice karıştırılır. Daha sonra deiyonize su son hacim 1L'ye tamamlanır.

Bu çözelti maksimum. $4 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 6 hafta saklanır.

10, 20 ve 100 mg/L kalibrasyon çözeltileri:

Aşağıdaki tabloda belli özgül hacimde kalibrasyon çözeltileri hazırlanması için 100 mL'lik balon jöjeye alınması gereken hacimler verilmiştir

Kalibrasyon Çözeltilerinin Özgül Hacimleri(mg.L ⁻¹ Karbon)	Ana Stok Çözeltilerinin Hacmi (mL)
10	1
20	2
100	10

20mg/L ve 100mg/L lik çözeltiler 4°C (± 2)' lik soğutucuda maksimum bir hafta saklanabilir.

2 mg/L Kalibrasyon Çözeltileri:

100 mg/L'lık çözeltiden seyreltme ile 2 mg/L çözeltili hazırlanır. (100 mL'lik balon jöje ye 100mg/L çözeltiden 2 mL ilave edilir ve saf su ile hacim 100 mL'ye tamamlanır. Bu şekilde 1/50'lik seyreltme yapılmış olur.

0,5 mg/L Kalibrasyon Çözeltisi:

10 mg/L'lik çözeltiden seyreltme ile 0.5 mg/L çözeltili hazırlanır. (100 mL'lik balon jöje ye 10 mg/L çözeltiden 5 mL ilave edilir ve deiyonize su ile hacim 100 mL'ye tamamlanır. Bu şekilde 1/20'lik seyreltme yapılmış olur.

10 mg/L Bakır ftalosiyanın Çözeltisi :

100 mg/L'lik bakırftalosiyanın çözeltisinden 5mL'lik çözeltili 50 mL'lik bir balon jöjeye konur ve deiyonize su ile tamamlanır.

10 mg/L'den düşük konsantrasyondaki bu çözeltiler her gün yeniden hazırlanmalıdır.

5. Uygulama

Bkz. <<COT Analizörü kullanım Prosedür>>

Partiküllü su numunelerinin analizleri için spesifik yöntemler kullanılmalıdır.

Partikülsüz su numunelerinin analizi için genel yöntemler kullanılmalıdır.

Analitik serinin kalibrasyonu:

Kalibrasyon çözeltileri ile çizilen grafik numunenin ölçüm aralığına giriyorsa ölçüm bu grafiğe göre yapılır.

Aşağıda verilen noktalar dikkate alınarak kalibrasyon yapılır :

- Kalibrasyon serisinden 0.5 mg/L'de iki ölçüm, 20mg/L'de organik karbon çözeltisinde iki ölçüm alınır.
- 100mg/L'de organik karbon çözeltisinde iki ölçüm alınır ve selülozun miktarı belirlenir.

Kalibrasyon serisindeki her bir nokta için 1000 mg/L ana stok çözeltisinden iki bağımsız kalibrasyon çözeltisi hazırlanır.

Analizi yapılacak numunelere aşağıdaki işlemler uygulanmalıdır:

- 2 kör (deiyonize su ile): Sistemin kirli olup olmadığı kontrol edilir .
- Kalibrasyon serisi oluşturulur.
- Sülfirik asitle asitlendirilmiş su numuneleri hazırlanır.
- 10 mg/L'lik bakır ftalosiyanın çözeltisi (teorik değer) hazırlanır
- Numune miktarı fazla ise, her 10 numunede bir kalibrasyon grafiği çizilir.

Her bir numune için 2 ölçüm alınarak sonuçların ortalamaları alınır.

Kalibrasyonun yapılmadığı analitik seriler

2 kalibrasyon serisinden analiz edilen numunelerin kapsamı:

- 2 kör (deiyonize su ile): Sistemin kirli olup olmadığı kontrol edilir ve sistem bir kez sudan geçirilir.
- iki alan noktası (son ölçümün kontrolü):
- 0,5 te ve 20 mg/L iki ölçüm alınır.
- 100 mg/L iki ölçüm alınır.

Sonuçlarda en fazla %10 sapma kabul edilir. Sapma halinde ölçüm yeniden yapılmalıdır.

Büyük serilerde, her on numune bir kalibrasyon grafiği çizilir.

Numuneler için 2 tekrarın ardından ortalama belirlenir.

Kontrol standartları 0,5; 2; 20 ve 100 mg/L'dir.

Partiküllü Su Numunelerinin Analizi (TOK Analizi)

TOK analizi filtre edilemeyen numunelerde yapılır.

Cihazın içerisine enjeksiyon yapılması sırasında, şişenin içerisindeki numune mıknatıslı bir çubukla karıştırılmalıdır. Numunenin homojen hale getirilmesi için numune cihaza verilirken uygun hızda karıştırılmalıdır. (bknz. cihaz üzerindeki komutlar)

Numune analizi için Partiküllü Su Numunelerinin Analiz Metodunu (COT metre) kullanılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör kontrolü
- Her bir kalibrasyon sırasında, 10mg/L'lik bir karbon bakır ftalosiyanın çözeltisi analiz edilir. (teorik değer). Elde edilen sonuçlar kontrol kartına işlenir.

- Kontrol çözeltileri

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar litrede 1 mg/L karbon şeklinde ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
-------------------------	-------------------------------------	-----------

1.6.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arasında

1.7. Sularda Bulunan Permanganat İndeksi

(Standart NF EN ISO 8467: Permanganat indeksi yönetmeliği)

1.7.1. Amaç

Bu kimyasal parametre, organik kontaminasyon veya indirgen madde varlığının göstergesi olan organik maddelerin veya sudaki oksijen tüketen indirgen maddelerin varlıklarının belirlenmesini sağlamaktadır. Organik maddeler, evsel veya sanayi kökenli atık sulardan kaynaklanan indirgen madde varlığının göstergesidir.

1.7.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sulardaki organik karbon varlığı bu suların organik maddelerle kontamine olduğunun bir göstergesidir. Organik karbon araştırmaları organik kontaminasyon kaynaklarının saptanmasını ve insani tüketim amaçlı sularının üretiminde kullanılan suların ya da içme sularının nitelendirilmesini sağlamaktadır.

1.7.3. Standartlar

Sudaki permanganat indeksinin tayini

(Standart NF EN ISO 8467: Su analizi. Sudaki permanganat indeksinin tayini)

1.7.4 Prensip

Su numuneleri sıcaklığı 96°C ile 98 °C arasında olan asidik ortamda permanganat çözeltisi ile reaksiyona sokulur. Organik ve indirgen maddelerin sudaki oksijeni tüketim miktarları titrimetrik metod ile belirlenir.

Numune alma ve hazırlanması

Analizler H₂SO₄ ile asitlendirilmiş ham su ile yapılır. Numuneler analize kadar –20°C’ de dondurulur.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: 0.5 mg/L– 10 mg/L: Bu aralık numune seyreltilerek arttırılabilir.
- 1mg/L rezorsinol kalibrasyon çözeltisi

Analiz

Analiz, standartlara göre yapılır.

Kör analiz ve seyreltmeler için deiyonize su kullanılır.

Analizden önceki akşam numuneler derin dondurucudan çıkarılarak analize kadar çözülmesi sağlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir

1.7.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, tatlı sulardaki permanganat ile oksitlenebilen maddelerin tayininde kullanılmaktadır.	<u>Referans standardı</u> - EN ISO 8467
<u>Muhafaza</u> Numuneler tamamen doldurularak cam şişelere konmalıdır (su numunesi pH'ı 2'den az sülfirik asitle asitlendirilmelidir.) Numuneler karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C depolama sonrasında en kısa zaman içerisinde analizler yapılmalıdır. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Ulaşım süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşsıcaklıkta araba ya da konteynırla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C - 6°C'ki soğuk odada tutulmalıdır.	

Ölçüm sınırı 0.5 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi Permanganat İndeksi: mg/L O ₂
---------------------------------	--

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipte (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Laboratuvarın sürekli olarak kullandığı malzemeler:

- 0,1 mg'lık hassasiyette terazi
- Kronometre
- Deney sırasında numuneleri 96°C ile 98°C'e arasında ısıtılmasını sağlayan termostatlı su banyosu.

0,02 mL oranlamayı sağlayabilen 10 mL'lik büret,

KMnO₄ indeksi analizi için deney tüpleri (Tüplerin permanganat ile yıkanması, 0,1 mL aralığı aşılmadıkça uygun görülmez)

Reaktifler

- Kimyasal reaktifler saf veya safa yakın olmalıdır.
- Deiyonize su, referans kör ve seyrelmelerde kullanılmaktadır.
- Potasyum permanganat çözeltisi ticari olarak 20 mmol/L'dir. Bu çözeltilerden 2 mmol/L'lik çözelti hazırlanmaktadır. Çözelti 6 ay saklanabilir.
- Diğer reaktifler ve çözeltinin hazırlanması: Analiz standardına göre yapılmaktadır.

5. Uygulama

ISO 8467 standardına göre yapılır:

- Numuneler, kontrol çözeltileri ve kör çözeltileri hazırlanılır.
- Analizler ISO 8467 standardına göre gerçekleştirilir.
- Sonuçlar ISO 8467 standardına göre değerlendirilir.

6. Kontrol

Her numune serisinde, çeşme suyuna 1mg/L rezorsin analiz edilir. Kontroller iki defa tekrarlanmalıdır. $KMnO_4$ indeksi rezorsin solüsyonunda 1.63 ile 2.04 (karşılaştırınız, standart ile) olmalıdır. Kör analiz değeri 0.1 mL'yi aşmamalıdır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Permanganat indeksi sonuçları mg/L O_2 olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.7.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.8. Sudaki Toplam Alkalinit ve Bileşenleri İçin Uygulanan Potansiyometrik Yöntem

(Standart EN ISO 9963-1 Bölüm 1: Toplam alkalinit ve bileşenler yönetmeliği)

1.8.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler, suları jeokimyasal açıdan nitelendirmeye ve hidrojeolojik etütlerle desteklemeye amaçlamaktadır.

Alkalinit: Doğal sularda bulunan HCO_3^- ve CO_3^{2-} iyonlarını nötralize eden H^+ iyonlarının miktarıdır.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 4,5 olan metil kırmızısı indikatörü ile belirlenir.: Suda bulunan HCO_3^- , CO_3^{2-} ve OH^- iyonları belirlenmektedir.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 8.3 olan fenolftalin: Alkalinit genel olarak hidroksit ve karbonat iyonlarının yarısıdır.

1.8.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımında, insani tüketim amaçlı sularında karbonat ve bikarbonat iyonlarının herhangi bir riski olup olmadığı araştırılmaktadır. Bu iyonların araştırılması ile, insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan suların jeokimyasal açıdan nitelendirmesini amaçlamaktadır.

1.8.3. Standartlar

Sudaki Toplam alkalınler ve bileşenler için uygulanan potansiyometre yöntemi (Standart EN ISO 9963-1)

Bölüm 1: (Toplam alkalınler ve bileşenler yönetmeliği)

1.8.4. Prensip

Numune, dönüm noktaları pH'ları 8.3 ve 4.5 olan bir asit çözeltisi ile asitlendirilir. Numunenin 8.3 ve 4.5 dönüm noktalarında saptanmış olunan değerlerde asitlendirilmiş çözelti yardımı ile kalibrasyon yapılır. Bikarbonat, karbonat ve hidroksitin dönüm noktaları titrasyon veya potansiyometrik yöntem ile belirlenir. pH'ı 8.3'te olan dönüm noktasında karbonat konsantrasyonu belirlenir. pH 8,3 dönüm noktasında CO₂ ve CO₃²⁻ eşdeğerlik derişimleri birbirine eşittir. Bu dönüm noktasında yaklaşık tüm hidroksitler ve CO₃²⁻ yarısının miktarı belirlenir. pH=4,5 dönüm noktasında hidrojen ve bikarbonat eşdeğerlik noktalarının konsantrasyonları eşittir. Böylece numunelerin toplam alkalinit tayini gerçekleştirilir.

Tanımlar:

Alkalın: Doğal sularda bulunan HCO₃⁻ ve CO₃²⁻at iyonlarını nötralize eden H⁺ iyonlarının miktarıdır.

Alkalın dönüm noktası pH'ı 4,5 olan metil kırmızısı indikatörü ile belirlenir.: Suda bulunan HCO₃⁻, CO₃²⁻ ve OH⁻ iyonları belirlenmektedir.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 8.3 olan fenolftalin indikatörü ile belirlenir. Alkalinit genel olarak hidroksit ve karbonat iyonlarının yarısıdır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler tamamen doldurulan polietilen şişelere alınır.

Numuneler karanlık bir yerde 4 °C muhafaza edilmektedir.

Numuneler 4 °C-6°C'de soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak tutularak taşınmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: 5 mg/L – 400 mg/L
- 1 g/L Cl⁻ ana stok çözeltisi

Adlandırma

Gümüş nitrat solüsyonunun adlandırılması, klor ölçekli solüsyon aracılığıyla gerçekleşir.

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Adlandırma
- Numunelerin Analizi

Hesaplama ve sonuçlarını ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L Cl⁻ olarak ifade edilir.

1.8.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı -Yöntem, tatlı sulardaki alkanitlerin tayininde kullanılmaktadır.	Referans standardı - ISO 9963-1
Muhafaza - Polietilen veya PTFE şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C depolama sonrasında en kısa zaman içerisinde analizler yapılmalıdır. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C - 6°C'ki soğuk odada tutulmalıdır.	
Ölçüm sınırı 5 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/L HCO ₃ ⁻ , CO ₃ ⁻ ve OH ⁻

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Titrimetre, 20 mL oranlı veya bu oranı sağlayabilen 20 mL' lik büret.

- Referans pH elektrodu veya renkli indikatör
- Mikropipetler
- Titrimetre için polietilen şişeler
- 0.1mg ile aynı veya eş değer ölçü

Reaktifler

- N/10 (0.1 mol/L) hidroklorik asit

25 mL sodyum karbonat çözeltisi (1 litre suda 2.65 g ± 0.20 g, başka bir ifade ile 0.025 mol/L çözeltisi) polietilen titrimetre şişesine ilave edilir ve üzerine 25 mL su eklenmektedir.

20 mL'lik büret ile 0,1 mol/L'e HCl çözeltisinden pH 4.5 oluncaya kadar numuneye ilave edilmektedir.

pH 4.5'ı ayarlamak için eklenen 0.1 mol/L'e HCl'in V_2 hacmini (**M değer**) not ediniz.

TA-TAC'ın belirlenmesi N/100 hidroklorik asit kullanmak gerektirdiği zaman, asidin konsantrasyonunu belirlemek için 50 mL'de tamamlanmış 2,5 standart çözeltisi alınır.

- N/100 hidroklorik asit çözeltisi (0.01 mol/L): N/10'luk HCl'in çözeltisi 1/10'a seyreltilmektedir.

Gerçek konsantrasyonu aşağıdaki gibi belirlenir:

$$c(\text{HCl}, 0.1 \text{ veya } 0.01) = m \times V_1 / 53 \times (V_2 - V_3)$$

m: Standart çözeltinin hazırlanması için tartılan sodyum karbonatın gram olarak kütlesidir. (2.65 g ± 0.20 g).

V_1 : Standart sodyum karbonat çözeltisinin mL olarak hacmidir.

V_2 :HCl, 0.1 veya 0.01 mol/L çözeltisinin mL olarak hacmidir.

V_3 :Kör analizi sırasında tüketilen 0.1 veya 0.01 mol/L hidroklorik asit çözeltisinin hacmidir.

Kör analizi:

DL 25'in polietilen şişesine 50 mL deiyonize su alınır.

pH'ı 4.5 oluncaya kadar hidroklorik asit çözeltisi ilave edilir.

Bu amaçla ilave edilen HCl çözeltisinin hacmi (V_3)(M değer) not edilir.

TA-TAC'ın belirlenmesinde N/100 hidroklorik asit kullanmayı gerektirdiği zaman, görün değerini yukarıda anlatıldığı gibi belirlenir.

- pH tampon çözeltileri
- Yeni alınmış deiyonize su
- renkli gösterge:

pH 4.5'de dönüm noktası: 100 mL etanol çözeltisi > % 90 etanol çözeltisinde metil kırmızısı ($0.015 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$) – bromokresol yeşili ($0.2 \text{ g} \pm 0.005 \text{ g}$)

pH 8.3'de dönüm noktası: 100 mL etanol çözeltisi > % 90 etanol çözeltisinde fenolftalein ($1 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$)

5. Uygulama

Potansiyometrik metot:

- pH'ı 4 olan tampon çözeltisi ile titratör üzerine yerleştirilir Elektrod önceden ayarlanır.
- Kalibrasyon: Cihaz tarafından verilen sinyallere göre, pH'ı 4 olan tampon çözeltisi ardından da pH 7'i olan çözelti okutulur.

Ölçüm: Titratörün polietilen şişesine ($=V_4$), 50 mL kadar numune alınır (veya yeterli hacimde). Gerektiğinde, deiyonize su ile 50 mL'ye seyreltilir.

Otomatik titraji başlatılır.

Her iki denkliğin V_5 (P) ardından V_6 (M).hacimleri not edilir.

Titrimetrik metot:

- Bir polietilen şişesine, 50 mL veya yeterli hacimde numune alınır (V_4). Gerektiğinde, deiyonize su ile 50 mL'de tamamlanır. 0.1 mL fenolftalein çözeltisi ilave edilir. Eğer pembe renk gözlenmiyor ise alkalinit bileşikleri numunede yoktur sonucuna varılır. Pembe renk gözleniyor ise, HCl çözeltisi ile pembe renk kaybolana kadar titrasyona devam edilir. Harcanan HCl asit çözeltisinin hacmi (V_5) not edilir.
- Toplam alkalinite'nin belirlenmesi: 0.1 mL bromokresol yeşil metil kırmızısı çözeltisi eklenir. Dönüm noktasında gri'li (V_6) yeşil-mavi renk gözlenene kadar HCl çözeltisi ile titre edilir.

6. Kontrol

Gerçekleştirilen kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analizi
- Asit çözeltilerinin kontrolü
- Kontrol çözeltileri

7. Hesaplama ve sonuçların ve ifade edilmesi

Nicelleme, aşağıda verilen formül kullanılarak yapılmaktadır.

TA veya komposit alkalinite hesabı

pH 8.3'de saptanabilir bileşimli alkalinite mmol/L olarak $TA = c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

Fransız derece olarak $TA = 5 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

CO₃ mg/L olarak $TA = 30 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

$c(\text{HCl})$ = Kullanılan hidroklorik asitin litre başına mol olarak ifade edilen gerçek konsantrasyonu

TAC veya toplam alkalinite hesabı

pH 4.5'de saptanabilir bileşimli alkalinite mmol/L olarak $TAC = c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

Fransız derece olarak $TAC = 5 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

HCO₃⁻ mg/L olarak $TAC = 61 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

$c(\text{HCl})$ = Kullanılan hidroklorik asitin litre başına mol olarak ifade edilen gerçek konsantrasyonu

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	Laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.8.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 8 € arasında

1.9. Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Na⁺, K⁺ Katyonların Tayin Edilmesi için Diğer Metotlar

Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Na⁺, K⁺ katyonları aynı anda iyon kromatografisi ile tayin edilebileceği gibi aşağıda verilen diğer metotlar ile de analiz edilebilmektedir.

Ca⁺⁺, Mg⁺⁺

- EN ISO 7980 Standardı “Su Kalitesi – Kalsiyum ve Magnezyum oranı – Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresi Metodu”: Konsantrasyonu 0,1 mg/L ile 100 mg/L arasında olan yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu ölçüm aralığı, numunelerin seyreltilmesi ile genişletilebilir.
 - EN ISO 11885 Standardı: Bu metod, 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığındaki konsantrasyonlar için, atomik emisyon tekniğini kullanılır ve yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu ölçüm aralığı, numunelerin seyreltilmesi ile genişletilebilir.
 - ISO 6058 “Su Kalitesi- Kalsiyum ve Magnezyum Oranı- “EDTA ile Titrimetrik Metod” ve ISO 6059 “Su Kalitesi- Kalsiyum ve Magnezyum oranı- “EDTA ile Titrimetrik Metod”. Bu metotlar ile, 5-500 mg/L aralığındaki Ca⁺⁺ ve Mg⁺⁺ konsantrasyonları belirlenir.
- Na⁺, K⁺:
- ISO 9964-3 ve ISO 9964-1/2 Standartları: Bu metod alev emisyon spektrometresini ve atomik absorbsiyon spektrometresini kullanır ve 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.
 - ISO 11 885 Standardı: Bu metoda, plazma iyonizasyon kaynağı ile birlikte atomik emisyon spektrometresi kullanılır ve 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.
 - ISO 17294 Standardı: Bu metotta, kütle spektrometresinde plazma iyonizasyon kaynağını kullanılır ve 0,1 mg/L ile 2 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, polietilen şişelere alınır.

Numuneler, göz açıklığı 0,45 µm olan filtre ile süzülür. Numune nitrik asit ile pH 3±0,5'ye asitlendirilir.

Nakliye sırasında, ışıktan uzak bir yerde, 4 ile 6 °C'de soğutulmuş olarak taşınmalıdır.

Numune en kısa zamanda analiz edilmelidir.

1.10. Bulanıklık Saptaması

(Standart ISO 7027: Bulanıklık Saptaması)

1.10.1. Amaç

Bu parametre süspansiyon halindeki maddelerle oluşan kontaminasyonların ortaya çıkarılmasını sağlamaktadır.

1.10.2. Kapsam

Halk sađlıđı bakımından, insani tüketime amaçlı sulara büyük miktarda bir bulanıklık gözlenmesi, bu suların yağmur suları veya atık sular ile kontamine olduğunu göstermektedir. Bu parametrenin saptanması insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan suların görünüşlerinin hızlı bir şekilde nitelendirilmesine olanak sağlamaktadır.

1.10.3. Standartlar

Bulanıklık Saptaması (Standart: ISO 7027: Bulanıklık Saptaması)

1.10.4 Prensip

Bulanıklık, suda dağılan ışığın yoğunluđuna (az düzeyde bulanıklık olması hali) veya suyun içinden geçen ışığın zayıflığına göre ölçülür (çok yoğun sular).

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplı ya da cam şişelere alınır.

Numuneler 4 °C'de ışıktan uzak tutularak saklanmalıdır.

Nakil süresi boyunca, numuneler 4 °C ile 6 °C' de sođutulmuş bir kaptan, ışıktan korunarak muhafaza edilmelidir. Numuneler maksimum 24 saat içinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve dođrulama

Kalibrasyon aralığı: 0.5 – 40 FNU

Formazin ana stok çözeltisi: 400 FNU

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Kalibrasyon
- Numunelerin analizi

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar FNU olarak ifade edilir.

1.10.5. Kalite işlemleri: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Deđişiklikler

Deđişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, tatlı sularda bulanıklık tayininde kullanılır.	Referans standardı ISO 7027
Muhafaza - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	Muhafaza Koşulları - Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılmalıdır. - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^{\circ}$ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C ile 6°C arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.2 FNU	Sonuçların ifade edilmesi FNU birimi

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

Prensip (bkz. yukarı)

Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

Türbidimetre cihazı, ölçekli şişeler

Reaktifler

- Deiyonize su
- Formazin ana stok çözeltisi: 4000 FNU
Formazinin kalibrasyon çözeltileri: 0.5 – 40 FNU

5. Uygulama

Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler, cihazlar üzerinde belirtilen talimatlara göre hazırlanır.

6.Kontrol

Yapılmakta olan kontroller aşağıda belirtilmektedir:

- K r analizi
-  zelti kontrol 

7. Hesaplama ve sonuların ifade edilmesi

Sonular FNU olarak ifade edilir.

8. Standartlara g re ayırım

Standardın �ng�rd�kleri	Laboratuvarın Yaptığı Deėişiklikler	Doėrulama
	Yok	

1.10.6. Analiz Maliyeti

3   ile 6   arasında

1.11. İletkenliėin Saptanması

(Standart EN 27888: İletkenliėin Saptanması)

1.11.1. Ama

Bu kimyasal parametre suların mineral ieriėinin deėerlendirilmesinde kullanılmaktadır.

1.11.2. Kapsam

Halk saėlıėı bakımından suların iletkenliėinin y ksek olması, doėal olarak  z nm ş tuz bulunmasını ( rn : tuz halinde mineral gibi) y ksek miktarda tuz ieren sularla, ime sularının kontamine olduėunun g stergesidir. Bu parametrenin saptanması insani t ketim amalı su  retiminde kullanılan suların ve ime sularının mineral ieriėinin belirlenmesini saėlamaktadır.

1.11.3. Standartlar

İletkenlik Tayini (Standart EN 27888: İletkenlik Tayini)

1.11.4 Prensip

Sıvı  zeltelerin iletkenliėi 25 C'de iletkenlik  zelliėine sahip kond ktimetre ile belirlenmektedir.

Suların iletkenliėi suda bulunan iyonların iletkenliėi g z  n nde bulundurulurken aŐaėıdaki fakt rlere g re belirlenmektedir:

- iyonların konsantrasyonu
- iyonların cinsi

- çözelti sıcaklığı
- çözeltinin viskozitesi

Laboratuvarda kullanılan kondüktimetre, sıcaklığın otomatik düzeltilmesini sağlayacak özellikte olmalıdır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplara ya da cam şişelere alınır.

Numuneler 4 °C'de ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir.

Numuneler taşıma süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş ışıktan uzak kapalı bir alanda muhafaza edilmelidir.

Numunelerin muhafaza süresi maksimum 24 saattir.

Kalibrasyon ve doğrulama

20 µS - 2000 µS arasında ölçüm yapılır.

Kalibrasyon çözeltileri:

0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisi: 7.456 g potasyum klorit (105°C'de, 2 saat kurutulur) suda çözülerek son hacmi 1000mL'ye tamamlanır. Suyun teorik iletkenliği 25 °C' de 18900 µS/cm'dir.

Çözelti 1 yıl muhafaza edilebilmektedir.

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Kalibrasyon
- Numunelerin analizi

20 µS/cm üzerindeki iletkenlik

Cihazın sabit hücresinin 0.609 cm⁻¹ e ayarlanmış olup olmadığı kontrol edilir. (manuel ayarlama). Kondüktimetrenin referans sıcaklığı 25°C' ye ayarlanır.

0.1 mol/L KCl çözeltisine çalkalamadan iletkenlik probu daldırılır.

µS/cm olarak okunan iletkenlik ve sıcaklık kaydedilir.

İletkenlik probunu çıkarılıp dikkatlice kurulanır.

Aynı şekilde 0.001 mol/L KCl çözeltisine daldırılarak yukarıdaki işlemler uygulanır.

Her bir numune yaklaşık 25mL'lik plastik tüplere konur. 0.1-0.001 mol/L potasyum klorür çözeltisi ile en az 20°C'deki su banyosunda 30 dakika ısıtılır.

Numuneler su banyosundan çıkarıldıktan sonra mümkün olan en kısa zamanda analiz edilir.

Her bir kalibrasyon serisinde, cihazın otomatik sıcaklık değişikliğine bağlı olarak okunan iletkenlik dikkate alınır.

20 µS/cm' den düşük olan iletkenlik

Sabit hücre manuel olarak 0.1 cm⁻¹ ayarlanır.

Küvette iletkenliği ölçülen çözelti konur ve iletkenlik sabitlendiğindeki değer okunur.

Düşük iletkenlik özelliğine sahip numunelerin atmosferle teması en aza indirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar 25 °C' de µS/cm olarak ifade edilir.

1.11.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu yöntem, tatlı suların iletkenliğini belirlemede kullanılır.	<u>Referans standardı</u> EN 27888
<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	<u>Muhafaza koşulları</u> - Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılmalıdır. 4° C – 6 °C'de - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'de soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 25 °C'de 2 µS/cm	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> 25 °C'de µS/cm

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Prensi (bkz. Yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

- Kondüktimetre
- 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ üzeri iletkenler için iletkenlik probu
- 20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ altındaki iletkenler için iletkenlik probu (örn. Deiyonize su)
- Plastik tüp
- Cam malzemeler
- 0.1 mg hassasiyette terazi

Reaktifler

-Deiyonize su

Kullanılacak kalibrasyon çözeltileri: 0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisi: 7.456 g potasyum klorit (105°C'de, 2 saat kurutulurak, desikatöre konulur) suda çözülerek son hacmi 1000 mL'ye tamamlanır. Suyun teorik iletkenliği 25 °C' de 18900 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir.

Çözelti 1 yıl muhafaza edilir.

0.01 mol/L potasyum klorür çözeltisi : 0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisinden 5 mL alınır ve 50 mL'lik balon jode seyreltilir. 25°C'de teorik iletkenliği : 1410 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir.

0,001 mol/L potasyum klorür çözeltisi: 0,01 mol/L'lik çözelti atmosferle teması en aza indirmek için taze alınmış deiyonize su ile 1/10'a seyreltilir. Bu çözeltinin 25°C'de teorik iletkenliği 1410 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir. Bu çözeltiler her analiz için hazırlanır.

5. Uygulama

Kalibrasyon ve ölçümler cihazların üzerinde belirtilmiş olan talimatlara göre yapılmalıdır.

6. Kontrol

Yapılmakta olan kalite kontrolü aşağıda verilmiştir:

- Kontrol için, 0.01 mol/L ve 0,001 mol/L potasyum klorür çözeltileri numune olarak okutulur ve kontrol kartlarına not edilir.

- Her 10 ile 20 numunede bir potasyum klorür kontrol çözeltilerini okutulur.
- Deiyonize suyun iletkenliği 0.1 µS/cm'den düşük olmalıdır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar 25 °C' de µS/cm olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	
	Yok	

1.11.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 6 € arasında

1.12. pH Tayini

(Standart ISO 10523: Su kalitesi, pH cam elektroduyla elektrometrik metod)

1.12.1. Amaç

Bu parametrenin incelenmesinin amacı, suyun asidik, bazik veya nötr özelliğinin saptanmasıdır.

1.12.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, suların pH'nın yüksek olması (pH 8,5), düşük alkalik (Karbonat veya hidroksit içerikli) veya asidik (bikarbonat içeriği düşük, serbest karbondioksit içeriği) sularla (pH 6.5'ten düşük) ilgilenmektedir.

1.12.3. Standart

pH Yönetmeliği (Standart ISO 10523: Suyun kalitesi. Cam elektrodlu pH için elektrometrik standart)

1.12.4. Prensip

pH, pH cam elektrodu ile NPT90-008 standardına göre ölçüm yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplı şişelere alınmalıdır.

Numuneler laboratuvara geldikten sonra en kısa zamanda analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve dođrulama

Kalibrasyon çözeltilerinden 25 mL alınarak pH'ı 4-9 aralığında hazırlanır.

pH metre, sıcaklığı 20 °C'e olan pH 4, 7 ve 9 standartları ile kalibre edilir.

Numunelerin pH'ı 20 °C'de okunmalıdır.

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- pH metre, sıcaklığı 20 °C'e olan pH'ı 4, 7 ve 9 standartları ile kalibre edilir.
- 25 mL'e numune alınarak 20 °C'de pH'ı ölçülür.

pH değeri 11'den yüksek olan numuneler için;

Numunelerin pH değeri 11 den yüksek olduğu durumlarda aşağıdaki işlemler yürütülür:

- pH 12 olan tampon çözeltisi numune gibi okutulur. 0,1'lik fark olabilir. Aksi halde 7, 9 ve 12 tampon çözeltileri ile ölçüm tekrarlanır.
- Numune serisinde ölçümlerin pH'ı 7, 9 ve 12 tampon çözeltileri ile yapılması önemlidir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar 20 °C' de pH olarak ifade edilir.

1.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. . Deđişiklikler

Deđişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu yöntem, pH değeri 4 ve 12 olan tatlı suların tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 10523
<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> 4° C – 6 °C'de - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler sođuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de sođutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'de sođuk odada muhafaza edilmelidir.	

Ölçüm sınırı	Sonuçların ifade edilmesi 20 °C'de pH biriminde
---------------------	---

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

- pH/ iyonmetre
- referans elektrot
- sıcaklık probu
- magnetik karıştırıcı
- Magnetik tartı
- Plastik borular

Reaktifler

- Deiyonize su
- 20°C' de pH değeri 4, 7, 9 ve 12 olan dört tampon çözelti

5. Uygulama

pH kalibrasyon çözeltileri standartlara göre hazırlanır.

Her analizden önce pH metre 25 mL'lik 4, 7, 9 ve 12 dört tampon çözelti ile kalibre edilir.

25 mL numune alınır.

Numunenin pH'ı $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de ölçülür.

pH değeri 11' den yüksek olan numuneler için;

Numunelerin pH değeri 11 den yüksek olduğu durumlarda aşağıdaki işlemler yürütülür:

pH 12 olan tampon çözeltisi numune gibi okutulur. 0,1'lik fark olabilir. Aksi halde pH 7, 9, 12 tampon çözeltileri ile ölçüm tekrarlanır.

Numune serisinde ölçümlerin pH 7, 9, 12 tampon çözeltileri ile yapılması önemlidir.

6. Kontrol

- Çözeltiden 10- 20 analiz yapılır.
- Deiyonize suyun iletkenliği 0.1 pH birim değerinden düşük olmalıdır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar 20 °C' de pH olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	Laboratuvar yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.12.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 6 € arasında

1.13. Analizlerin Doğrulanması

Analizlerin doğrulanmasında kullanılan metotlarda suda bulunan konsantrasyonu yüksek elementler mg/L olarak ifade edilmektedir. Bu metodlar, büyük bir hatanın mevcut olup olmadığını veya toplam iyonların elektrik yükünün en az %5'ine denk gelecek şekilde ise bu hata ihmal edilir. Aynı zamanda bu metotlar suyun çeşidinden yola çıkılarak bir su şeması oluşturulmasını sağlamaktadır. Bu metotlar ile miliekivalant miktardaki iyonların tayinindeki analitik hatayı saptamak zordur. Örneğin demir, mangan, bakır, kurşun ve flor iyonlarının mikrogram düzeyindeki ihmal veya hataları belirlemek zordur.

Demir ve az miktarda mangan varlığı özellikle asitlendirilmemiş numunelerin laboratuvarında muhafazası sırasında kendini renkli bir bulanıklık ile belli eder. Bu da analist tarafından gözden kaçmayacak bir doğrulama değeri olarak değerlendirilir.

2 mg/L altında çözülmüş oksijen içeren numunelerde demir de varsa doğrulama işlemi yapılabilir. Oksijen oranı belirlenerek numunenin hava alıp almadığı kontrol edilebilir.

Buna göre hava almayan numunede nitrit oranı serbest klora eşit olduğu halde hava alan numunede eşit değildir.

Analizlerin doğrulanması

Sudaki mevcut anyonların veya toplamının %2 fazlası katyonların elektrik yükleri toplamına eşit olmalıdır. %3 gibi bir fark varsa analizin doğru olup olmadığı kontrol edilir.

Minerallerin iletkenlikliği 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'den düşük olan sularda %5'lik bir fark tolere edilir.% hata aşağıda verilen formül ile hesaplanır.

$$\% \text{ Hata} = (S \text{ anyonlar} - S \text{ katyonlar}) / (S \text{ anyonlar} + S \text{ katyonlar}) / 2 \times 100.$$

Genelde, anyonların veya katyonların toplamı 6 meq/L'yi geçmediğinden, anyonların litre de miliekivalan miktarı ile katyonların litre de miliekivalan miktarı arasındaki fark 0,3 meq/L'yi geçmemelidir. Belirtilen miktarların dışındaki fark bir hatanın olduğunu ortaya koyacaktır. Ancak iyonik dengenin tam olması analizin doğruluğunu da garanti etmemektedir.

Diğer doğrulamalar ise şu şekilde yapılabilir:

Analiz üzerinden yapılan doğrulamada su buharlaştırılır ve çökelti farklı derecelere ısıtılır. Bikarbonatın varlığı CO₂'in kaybı ve CaCO₃ oluşumundan anlaşılır. Depo önce ısıtılır ve 110°C'de kuru ekstre elde edilir. 110°C'de Ca(SO₄) 2H₂O, 128°C'de Ca(SO₄), 1/2H₂O ve 165°C'de kalsiyum sülfat anhidrit ve 180°C'de CaSO₄ ve ortaya çıkar.

Bu doğrulamalar sırasında suyun kristalizasyon suyu biçiminde tutulması ve uçucu bileşenlerin uzaklaşması güçlükler neden olur.

180°C'de muhafaza için anyonların ve katyonların toplamını mg/L cinsinden yapmak ve bundan uzaklaşan bikarbonattan CO₂'lerini çıkarmak ve 31'i litre de miliekivalant bikarbonat sayısı ile çarpmak gerekmektedir.

Bu doğrulama, bikarbonat –CaCO₃ içeren sulara uygulanır. Buna, suda bulunan silisyum ilave edilmelidir. Normal olarak, toplam ile 180°C ölçülen kütle arasındaki fark, %5'ten fazla olmamalıdır. 110°C'de elde edilen kütle için, doğrulama daha karmaşıktır. 110°C ile 180°C arasındaki kütle kaybı dikkate alınmalıdır. İdeali, sıcaklığa duyarlı bir terazi kullanmaktır, bu teknik, su analizi laboratuvarlarında yaygın bir şekilde kullanılmamaktadır. Bununla birlikte, bu teknik bazı bileşenlerin miktarını tam olarak belirlemeye ve dolayısıyla bunların analizlerini doğrulamaya imkan sağlar.

Anyonların toplamı ya da sadece katyonlar için sertlik tayini hızlı bir metod mevcuttur.

Prensip, farklı iyonların teorik iletkenliği ile ölçülen iletkenlikleri karşılaştırmaya dayanır.

İyonlar arasındaki etkileşimlerden dolayı her iyonun iletkenliği lineer olarak değişmez ve teorik iletkenlik ile uyuşmaz.

Seyreltik çözeltilerde farklı iyonlardan ileri gelen akım geçişleri, otomatik olarak belirlenir. Elektrik taşıması analiz sularında gözlenmez. Mineral miktarları yüksek olan sularda durum farklıdır. Farklı iyonların etkileşimlerinden dolayı, akım geçişleri daha hassastır. Mesela, 500 mg/L kuru ekstreya sahip tek değerlikli iyonlar için, geçiş, teorik geçişin ancak %90'ı oranında, iki değerlikli iyonlar için bu geçiş, teorik geçişin yaklaşık %65'i düzeyinde olacaktır. Doğrulama formülleri için, farklı iyonların faaliyet katsayılarını tanımak gerekmektedir.

Amerikan metodu

Metod, 25°C'de 90 ile 120 µS/cm'lik iletkenliği belirlemeyi kapsamaktadır. Su numunesi CO₂'i uzaklaştırılmış ve soğutulmuş deiyonize su ile seyreltilir. Daha sonra, aşağıda verilen tabloya göre, her bir iyon için iletkenlik faktörlerini kullanmak mümkündür.

Bu seyreltmelerle, her bir iyonun etkileşim katsayısı dikkate alınır.

Bu metod, pH'ı 6'nın altında ve 9'un üzerinde olan sulara uygulanmaz, bunun nedeni de H⁺ ve OH⁻ iyonlarının hareketliliğinin, sularda normal olarak bulunan iyonlardan çok farklı olmasıdır.

İYONLAR	20 °C'de µS/cm cinsinden iletkenlik meq/L	20 °C'de µS/cm iletkenlik
HCO ₃ ⁻	43,6	0,715
Ca ⁺⁺	52,0	2,60
CO ₃ ⁼	84,6	2,82
Cl ⁻	75,9	2,14
Mg ⁺⁺	46,6	3,82
NO ₃ ⁻	71,0	1,15
K ⁺	72,0	1,84
Na ⁺	48,9	2,13
SO ₄ ⁼	73,9	1,54

Laboratuvar istatistik metodu

Binlerce analiz hakkında bir istatistiksel eğri oluşturulmuş ve 20 °C'de direnç ile anyonların toplamı arasında veya meq'deki katyonların toplamı arasında çok iyi bir korelasyon olduğu belirlenmiştir.

Logaritmik veriler olarak, aşağıdaki ilişkiyi elde ederiz.

Log meqO -1,02 log direnç +14125.

110 °C'de kuru ekstat ile 20 °C'de direnç arasında ilişkiler de vardır: DOROS ve CHEWSKI formülü.

M (mg/L)= 6888 / Direnç.

Richard ve Nguyen Vancu bu kuralın hatalara neden olduğunu göstermekte, göz önünde tutulan dirençlere göre, aşamalarla birlikte nümeratörü değiştirmeyi önermektedirler.

R< 100 Ohm Cm için K= 850432

100<R<300 Ohm cm için K= 758544

300<R<1200 Ohm cm için K= 756500

1200<R<3000 Ohm cm için K= 715920

3000<R<20000 Ohm cm için K= 747658

R> 20000 Ohm cm için K= 1365079

Bu sistemde, bir eğri ile bertaraf edilebilecek süreksizlikler elde edilir:

$$K= f^{\circ}$$

ALT BÖLÜM 2

İNORGANİK KİMYASAL ANALİZLER

2.1. GİRİŞ

2.1.1. Metal Analizinin Genel Koşulları

Mikrokirletcilerin mineral kalıntı analizi sırasında ve işleme tabi tutulmadan önce bazı tedbirlerin alınmasını gereklidir. Bu tedbirler arasında gerekli olanlar şunlardır:

- Analiz sürecinin izlenmesi, numune hazırlıkları ve kör analizi yapılarak gerçekleştirilmelidir.
- Laboratuvar cam malzeme temizliğine ilişkin asit ile yıkama ve deiyonize su ile durulama gibi çok sıkı bir protokolün uygulanması gerekmektedir.
- Atmosferden bulaşmalara karşı korunmalı bir şekilde çalışılması ve etrafın temiz tutulmasına dikkat edilmelidir. "Temiz laboratuvar" demek laboratuvardaki havanın filtrelenmesi ve numunelerin farklı kaynaklı bulaşıcılara karşı korunmasını gerektirmektedir. Bazı durumlarda hava düşük basınçta laminar hava akımı ile temizlenir.
- Çapraz bulaşıcılığın önüne geçilmesi ve risk alınmaması için bir kullanımlık örnek alma şişelerinin kullanılması tercih edilmelidir.

2.1.2. Metal analizinden önce numunenin ön işlemi

Asidifikasyon

Ağır metallerin çoğunu sabitlemek için genellikle HNO_3 ile asidifikasyon işlemi yapılmaktadır. Asit oranı bir standartan diğerine farklılık göstermektedir (%0.5 veya %1). Esasen $\text{pH} < 2$ ile şişenin çeperinde oluşabilecek herhangi bir emilim riski yok edilir. Bu asidifikasyon işleminin alanda gerçekleştirilmesi tercih edilmektedir. Ancak ulaşım esnasında araçta asitten kaynaklanabilecek kazaların engellenebilmesi için bu işlem laboratuvarda da gerçekleştirilir. Hidrür şeklinde analiz edilecek elementler hidroklorik asit ile stabilize edilmektedir.

Cıvayı sabitleştirmek için nitrik asitli ortamda numuneye potasyum dikromat çözeltisi ilave edilir. Numunede fazla potasyum dikromat çözeltisinin bulunması sarı portakal renginden anlaşılır. Gerekli ise, potasyum dikromat çözeltisinin fazlası ilave edilir.

Mevzuat toplam element analizi ile ilgilenmektedir. Eğer çözülmüş bir element analiz edilecek ise asidifikasyon işleminden önce göz açıklığı $0.45 \mu\text{m}$ olan filtreden numune süzülür.

Mineralizasyon

Numunelerin mineralizasyon süreci şebeke sularına uygulanmaz. Bu süreç bulaşma ihtimalini doğurabilir ve ölçüm limitlerini artırabilir. Bu yüzden, Fransa'daki Sağlık Bakanlığı bu mineralizasyon sürecini içlebilen yüzey suları için bile gerekli kılmamaktadır. Tamamen metal terimi metal asit-eriyen bir durumda asimile edilebilir.

Eğer mineralizasyon süreci düşünülüyorsa EN ISO 11885 standardına ve özel mineralizasyon standartları olan EN ISO 15587 -1 ve - 2 göz önüne alınmalıdır. Bu durumda aşağıdaki hususlar çok önemlidir:

- Asitten kaynaklanan matris etkisinin bulunup bulunmadığı kontrol edilmelidir.
- Kör analiz yapılmalı ve bu ön işlem sırasında kontaminasyon yok edilmelidir.
- Bu ön işlemin ölçümüne ilişkin yöntem karakterize edilmelidir.

2.1.3. Siyanür Analizi İçin Numunelerin Ön İşlemi

Siyanürün, sabitleştirme işlemi sodyum ilavesi ile gerçekleştirilmektedir. Böylece hidrojen siyanür kaybı engellenmiş olur.

Numune alımından hemen sonra eğer gerekli ise membran filtreleme ile parçacıklardan arındırılmalıdır (> 0,1 mm).

Su numunelerinin pH'ı sodyum hidroksit çözeltisi ile 12'ye ayarlanır. Bu işlem sırasında sodyum hidroksit çözeltisinin neden olabileceği seyreltmenin az olmasına dikkat edilmelidir. Diğer mineral mikrokirleticilerden farklı olarak analizin çok hızlı bir şekilde yapılması gerekir. Numune alımından sonra en geç 3 gün içerisinde numune analiz edilmelidir.

2.1.4. Dezenfeksiyon Alt Ürünlerini Uzaklaştırmak İçin Numuneye Uygulanan Ön İşlemler

Dezenfeksiyon alt ürünlerinin numuneden uzaklaştırılması numunenin kalıntı oksidasyondan arındırılmasından ibarettir. Bu amaçla numuneye genellikle dietilen-amin ilave edilmektedir. Bu kimyasal maddenin iki rolü vardır:

Numune şişesinde daha sonra bir değişim olmaması için kalıntı oksidasyondan arındırma işlemi gerçekleştirilir.

Demir gibi diğer elementlerin klorit ile kellar oluşturmasını engellemek için numune arındırma işlemine tabi tutulur.

Kloritlerin ve kloratların analizi gibi özel durumlarda numunelerin önceden gazlarının alınması tavsiye edilmektedir. Böylece numunede bulunma olasılığı olan klor dioksit uzaklaştırılmış olur.

Numunenin ışıktan bozunmasını engellemek için ışıktan uzak, karanlıkta muhafaza edilmesi gerekmektedir.

2.2. METALİK ELEMENTLERİN ANALİZİ İÇİN YÖNTEMLER

2.2.1. Dört Atom Emilimli Spektrometresi

Uygulama alanı

Kalıntı şeklinde olan metallerin analizi için, bu yöntem yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntem $\mu\text{g/L}$ seviyelerinde ölçüm alınmasına olanak tanınmakta ve yüzey sularında, yeraltı sularında içme sularında bulunan Ag, Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V ve Zn gibi elementlerin analizine olanak tanımaktadır. Yöntemin her element için tespit limiti numune matrisine, kullanılan alete, atomizör tipine ve kimyasal değiştiricilere bağlıdır.

Prensip

Su numunelerinin sabitleme işlemi asit ilavesi ile yapılmaktadır. Numune filtrelenmekte ve muhafazası asit ilavesi veya indirgenme reaktifi ile gerçekleştirilmektedir. Numune çözelti halinde atomik emilim spektrometresinin grafit fırınına enjekte edilir. Fırın elektrik ile ısıtılır. Numune kurutulur, yüksek sıcaklığa kadar ısıtılır ve sıcaklık derecesinin artırılması ile elementler atomize edilir.

Atomik emilim spektrometresi ışık dalgalarının serbest atomlar tarafından emilim kapasitesine bağlıdır. Bir ışık kaynağı bir veya birden fazla elemente özgü ışığı yayar.

Işık süzmesi grafit atom fırınında oluşan atom bulutundan geçtiğinde, belli elementin veya elementlerin atomları tarafından seçici olarak emilmektedir. Işık yoğunluğunun azalması dalga boyuna göre bir dedektör ile ölçülmektedir. Numunede bulunan elementin tayini kalibrasyon bileşenlerinin emilimi ile kıyaslanarak belirlenmektedir. Eğer gerekli ise, analiz öncesi numunelere matris değiştirici bir değişken ilave edilerek veya dozajlı ilaveler tekniği yapılarak kalibrasyon gerçekleştirilir.

Girişimler veya birbirine geçmeler

Bazı numuneler, özellikle atık suların ve sedimentlerin indirgenme ürünleri sonuçları büyük miktarda etkiliyecek şekilde parçacık veya madde içerebilmektedir. Yüksek klorür miktarı düşük oranlı sonuçlara yol açabilmektedir Çünkü birden fazla element değişikliğe uğrar ve ısıtılma esnasında element kaybına yol açabilmektedir. Matrisin yan etkileri, sıcaklığın kısmi olarak veya tamamen en uygun hale getirilmesi, tüplerin ve ısı kılıflı platformların kullanımı, kimyasal değiştiricilerin kullanımı ve dozajlı ilave yönteminin uygulanması ve doğru arka fon gürültüsü kullanılması ile aşılabilmektedir.

Analitik süreç

Kimyasal değiştiriciler

Kimyasal değiştiricilerin kullanımı numunedeki spektral olan veya olmayan karışımları aşmak için bir yöntemdir (Matris etkisi). Dozajlı element eklemeyen önce, son bir spektral karışmanın varlığını tespit etmek mümkündür. Spektral olmayan bir oluşumu tespit etmek

her zaman mümkündür. Bu da numune ölçülerek ve dozajlı element eklemeksizin ve referans bir kalibreyle birikim oranı karşılaştırılır. Aynı işlem kimyasal bir değiştirici ekleyerek tekrarlanır ve değişimin etkin bir biçimde gerçekleştiğinden emin olunur.

Kimyasal değiştiricinin amacı yüksek derecede ısı seviyesini yakalamak ve atomizasyondan önce temel kütle elementlerini yok etmektir. Pd'un $Mg(NO_3)_2$ ile bileşiği "genel" bir değiştirici olarak kabul edilir ve bir çok element için kullanılmaktadır. Pd'un azaltıcı bir ajan ile kullanılması, örneğin sorbik asit bazen Pd/ $Mg(NO_3)_2$ 'un yerine kullanılmaktadır. Arka fon gürültüsü $Mg(NO_3)_2$ ile yükselme eğilimindedir. Diğer değiştiriciler de kullanılmaktadır. Kimyasal değiştiricilerden Ni bileşikleri tayini yapılacak elementleri içerdikleri için fırına bulaştırabilirler. Bu yüzden tercih edilmezler. EN ISO 15586 standardında belli elementler için kullanılacak kimyasal değiştiricilere yer verilmektedir. Aynı şekilde sonuç verdiği tespit edilmiş başka kimyasal değiştiriciler kullanılabilir. Kimyasal değiştiricilerin kullanılması durumunda, numuneleri kontrol etmek için, reaktif körü, kör çözeltileri, kalibrasyon çözeltileri ve kalibrasyon körü kullanılır.

Bazı aletlerde seyreltme otomatik olarak gerçekleştirilir.

Başta üretici tarafından tavsiye edilen sıcaklık ve sürelerin kullanılması gerekmektedir. Atomizasyon esnasında argon akışını kesmek, arka fon gürültüsünü doğru bir şekilde kullanılmak, başka dalga boyları (farklı seviyelerde hassas) kullanmak mümkündür. Örneğin, cıva için 2170 nm dalga boyu kullanılabilir. Bu aralıkta hassasiyet 283,3 nm'e dalga boyuna göre iki defa daha fazladır. Her durumda gürültü daha önemli ve müdahale riski daha büyüktür. Bu durumda yüksek tayin derecesi için, Zn için 307,6 nm ve 271,9 nm veya Fe için 305,9 nm hassasiyeti düşük dalga boyu kullanılır. Değerlendirme için pikler ile yapılmaktadır. Kalibrasyon kör kalibrasyonla yapılmalı ve uygun konsantrasyona ulaşılabilmesi için 3 ile 5 arasında kalibrasyon çözeltileri kullanılmalıdır. Kalibrasyon eğrisinin lineerliği çoğu zaman sınırlıdır. Spektrel olmayan müdahaleleri en aza indirmek için kimyasal değiştirici kullanılmadığı zaman veya matrisin etkilerini yok edilmediği zaman kalibrasyon eğrisi lineer ise dozajlı ilave etme tekniği kullanılır. Dozajlı ilave etme tekniği özellikli olmayan dip emilimdeki gibi spektral müdahalelerin düzeltilmesinde sağlar ve bir faktörün sinyalini üçten fazla değiştirmedeği takdirde müdahale olarak kullanılmalıdır.

2.2.2. Alevde Atomik Emilim Spektrometresi

Alevde Atomik Emilim Spektrometresi numunedeki miktarı fazla olan elementlerin analizinde kullanılmaktadır. Elementlerin tayin miktarları kullanılan aletin özelliklerine göre değişebilmekte ancak genelde 50 ile 100 $\mu g/L$ aralığında olmaktadır. Dolayısı ile bu yöntem şebeke sularının tayininde kullanılmaz. Yönetmenlik değeri 4 katından fazla olan elementlerin tayininde kullanılır.

Prensip atom emilimli fırın ile aynıdır. ancak bulutlanma veya buğulanma alev ile olmaktadır. Isı enerjisi, asetilen-hava veya azot diazotmonooksit-asetilen ile sağlanan serbest atom ortamındaki çözeltide kimyasal bileşenlerin ayrıştırılması için gereklidir .

2.2.3. Hidrür Çözeltide Soğuk Buhar Üretimi

Bu atomik emilim yöntemleri ile $\mu\text{g/L}$ 'den daha düşük ölçüm limitlerde çok iyi analitik performansların yakalanmasına olanak tanımaktadır.

Bu analizler esnasında, emilim veya tersi reaksiyonun bulunduğu kabın kenarlarında bazı reaksiyon değişimi riskleri bulunmaktadır.

2.2.4. Atomik Floresan Spektrometresi

Atomik floresan sırasında, temel haldeki atomlar ışık kaynağındaki fotonlar tarafından uyarılır.; atomik emilim sonucu oluşan sinyali ölçmek yerine temel hale dönerken yaydıkları floresans ışımının şiddeti atomik floresan spektrometresi ile ölçülür.

Kullanılan lamba detektörün floresan sinyalini ölçmemesi için optik sistem çizgisinde yer almamaktadır. Bu yöntem çok hassas olup civa, arsenik ve selenyum gibi elementlere uygulanabilmektedir.

2.2.5. ICP Spektrometresi

ICP Spektrometresinde iletkenlik frekansı yüksek olan inert gazların plazması ağır metallerin tayininde kullanılır.

Bu tekniklerin başarısı çeşitli niteliklerden kaynaklanmaktadır.

Yüksek sıcaklık (5000°K) boşaltma iletinin etkili olarak gerçekleştirilmesini sağlamaktadır

İnert gazın kullanılması: Kimyasal olarak devinimsiz argon ve yüksek iyonizasyon enerjisi çok sayıda element üzerinde birden fazla temel dozaj yapılmasını sağlamaktadır.

Bu analizler eşzamanlı konumda gerçekleştirilebilir bu da aletin verimliliğini artırmakta ve önceden belirlenmiş bir programda metallerin sistematik araştırmasını sağlamaktadır.

Fiziksel ve kimyasal seviyede matris etkisi aynı ölçüm limitlerinde grafit fırınlı atomik emilim spektrometresi ile karşılaştırıldığına etkisi çok düşüktür.

ICP: EN ISO 11885

Uygulama alanı

Bu yöntem yüzeysel sularında ve şebeke sularında 33 tane elementin aynı anda tayininde kullanılmaktadır. Şebeke sularının koşulları uygun olmadığı için ölçüm limitleri bir elementten diğerine göre değişmektedir. Bu durumda ultrason bulutlanması gibi yöntemler kullanılabilir.

Prensip

Bu yöntem optik spektroskopik tekniği ile atomik emisyon şiddetinin ölçülmesidir. Numune püskürtülerek elde edilen aerosol, uyarılmanın meydana geldiği plazma içine gönderilir. ICP cihazı tarafından karakteristik atomik emisyon çizgi spektrumu üretilir. Spektrum bir spektrofotometre yardımıyla dalga boylarına ayrılır ve çizgilerin şiddeti dedektör yardımıyla izlenir. Dedektörden alınan sinyaller bir bilgisayar sistemi yardımıyla alınır ve kontrol edilir. Eser element tayininde farklı zemin etkileri için zemin düzeltme tekniği kullanılır

Optik ICP'de Bozucu Etkiler

Eser elementlerin tayininde hatalara sebep olacak bozucu etkileraşağıda özetlenmiştir:

- ✓ Spektral bozucu etkiler
- ✓ Spektral çizginin diğer elemente ait spektral bant altında kalmasıdır. Bu etkiler, ham verilerin bilgisayar programları ile düzeltilmesiyle giderilebilir.
- ✓ Spektral çizginin geri kazanılmayacak şekilde, moleküler bantların altında kalmasıdır. Bu etkiler alternatif bir dalga boyunun seçilmesi ile giderilebilir.

Kullanılan cihazın dalga boyu tarama özeliği varsa, bu spektral bozucu etkilerin tespit edilmesinde kullanılmaktadır.

Zemin (Background) etkileri

- ✓ Sürekli veya birbirini tamamlayan girişimler sebebiyle zemin sinyalinin artması
- ✓ Yüksek derişimlerdeki elementlerin emisyon bantlarının yanındaki yan bantlar sebebiyle zemin sinyalinin artması

Zemin girişimleri genellikle tayin edilecek elementlerin spektral hattından zemin düzeltme işlemi yapılarak düzeltilebilir.

Analiz

ICP analizi sırasında aletin performansını ölçmek ve kalibrasyon çözeltilerini denetlemek için birden fazla kalibrasyon ve kontrol çözeltileri kullanılmaktadır. Hedef üzerinde % 5'lik hata ile okunan kontrol çözeltileri analitik bir serinin onaylanması için yeterlidir. Analiz esnasında, EN ISO 11885'e standardına bağlı kalınır. Kalıntı halindeki borun tayini için PMP (polimetilpenten)'den üretilmiş minik şişeler tercih edilmelidir.

Analiz sırasında yöntemin onayı sırasında kabul edilmiş olan ölçüm limitlerine dikkat edilmelidir.

Kör kontrol amacı ile kullanılmaktadır

Analiz sürecinde kirlilik riskine karşı kör analiz yapılmalıdır.

Element derişimi yüksek bir numune okutulduktan sonra diğer numuneleri etkilememesi için cihaz temizlenir.

Standart ilave metodu veya mükerrer dozajlı numunelere başvurma sonuçlarının güvenilirliğini garanti etmektedir.

Analitik süreç sırasında önemi olan kalibrasyon çözeltilerinin ve numunelerin aynı miktarda asit içermesidir.

ICP MS: EN ISO 17294-1

Prensip

Metod, matris etkisi ve karşılaşılan girişimlere bağlıdır. İçme suyu ve az kirlenmiş sularda, ölçüm limiti 0,1 µg/L ve 1,0 µg/L aralığında olup pek çok elementin tayininde kullanılır.

Birden fazla elementin tayini için, iletkenli plazmalı kütle spektrometresi ile 62 elementin tayini için aşağıda belirtilenleri içerir:

- ✓ Yüksek frekansta iletken plazma da analiz edilecek olan çözeltinin tanıtılması (örneğin: lastik ile bulutlandırma) ve bu durumda plazma tarafından kaynaklanan enerji transfer süreci elementlerin atomizasyonu, iyonizasyonu, desolvasyonu, atomizasyon ve elementlerin iyonizasyonuna neden olmaktadır.
- ✓ İyonların plazmadan boşlukta iyonik optikli diferansiyel pompa ile bir ara bölme ile çıkartılması ve kütle yüklem ilişkilerinin ayrılması temeline dayanan yöntem kütle spektrometresi ile gerçekleştirilir. (Örneğin: dört kutuplu spektrometre);
- ✓ Kütle ayrıştırma kısma iyonların tanıtılması (Örneğin: dört kutuplu spektrometre) ve genelde sürekli dinod elektronlar kullanılarak tespit edilmeli ve daha sonra iyonik bilgi işlemci vasıtası ile işlenir;
- ✓ Kalibrasyona uygun çözelti ile kalibrasyon sonrası miktar ölçümü yapılır. Sinyalin yoğunluğu ve kütle yoğunluğu arasındaki ilişki genelde 1'den 5 ölçeğine kadar lineerdir.

İnterferanslar

Bazı uç durumlarda, izobar ve izobar olmayan interferanslar oluşabilmektedir. Bu konudaki en önemli girişimler kesişen kütleler ve bunun neticesinde numune matrisi tarafından oluşturulan fiziki müdahalelerdir. Daha kapsamlı bilgi edinmek için, ISO 17294-1'e başvurabilirsiniz. Tespit işlemi için aynı elementin birden fazla ve değişik izotoplarının saptanmasında fayda vardır. Sonuçlar benzer olmalıdır. Eğer durum böyle değil ise veya belli bir element için aralıksız hiçbir izotop ölçümlenemiyorsa, matematiksel bir düzeltme işlemi yapılması gerekir. Referans element tekniği ile küçük ölçekli türevlerin veya yoğunluk değişimleri düzeltilmesi gerekir. Genelde fizik aralıkları ve spektral aralıkları aşmak için çözülmüş maddenin kütle yoğunluğu (tuz içeriği açısından) 2 g/L'yi geçmemesi gerekir.

Soğuk bir plazma kullanılması bazı interferansların oluşmasını engellemekte ancak plazmadaki en ufak önlenemeyen bir sabitlenmede göz önünde bulundurulmalıdır. Aynı şekilde, bazı reaktörlü aletler (Örneğin DRC ICP-MS) bazı interferansların yönetimini sağlamaktadır. İzobar elementlerin interferanslar kütle/yük oranı aynı olan farklı elementlerin izotoplarından kaynaklanmakta ve kullanılan kütle spektrometresi çözümülemesi yetersiz kalmaktadır (Örneğin 114 C ve 114 S). İzobar elementlerden kaynaklanan aralıklar aralığa sebep veren elementin etkisi göz önünde bulundurularak ölçülebilir. Bu durumda düzeltme için kullanıla-

cak olan izotoplar aralıksız olarak belirlenmeli ve yeterli güvenlik seviyesi olmalıdır. Cihazın yazılımı genelde düzeltme önermektedir. Poliatomik iyonlar plazmanın gazlı kompozanları, reaktifler ve numunenin matrisinin uyumundan oluşmaktadır (Örneğin: Göreceli Kütlenin Aralığı, 75 A'dan 40 Ar35C1 ve 40Ca35C1). Bu aralık birden fazla element için önemli bir özellik sergilemektedir (Örneğin: Cr, Se, V).

Analistin aletin türüne göre bu aralığın önemini sürekli kontrol etmesi tavsiye edilir. Matematiksel düzeltmeler söz konusu ise akılda tutulması gereken nokta, aralığın genişliği plazmanın ayarına (Örneğin: oksitlenme oluşum hızı) ve aralığa sebep olan elementin kütle yoğunluğuna bağlı olup genelde numune çözeltisinde değişken bir kompozitir.

Analiz

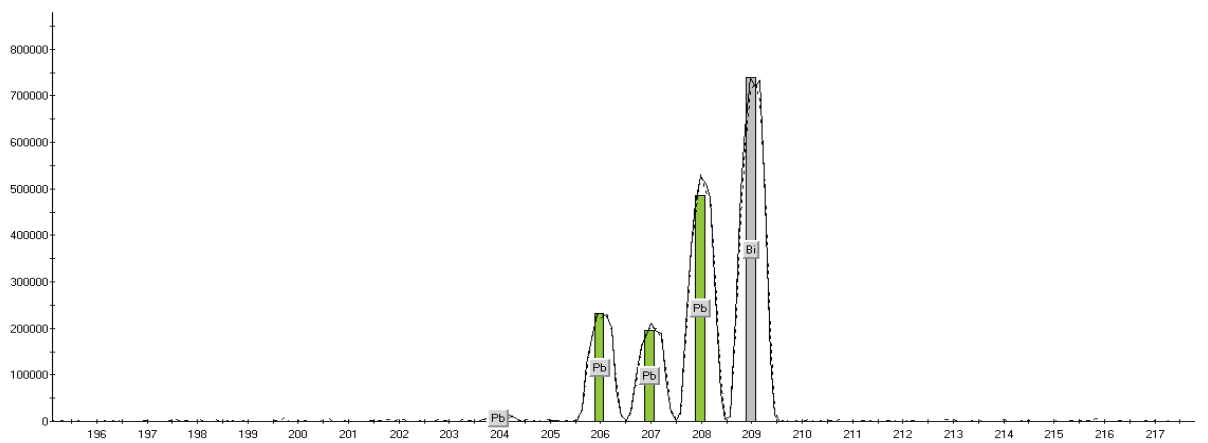
Bu süreç ICP optiğine yakındır. Dikkat edilmesi gerekenler:

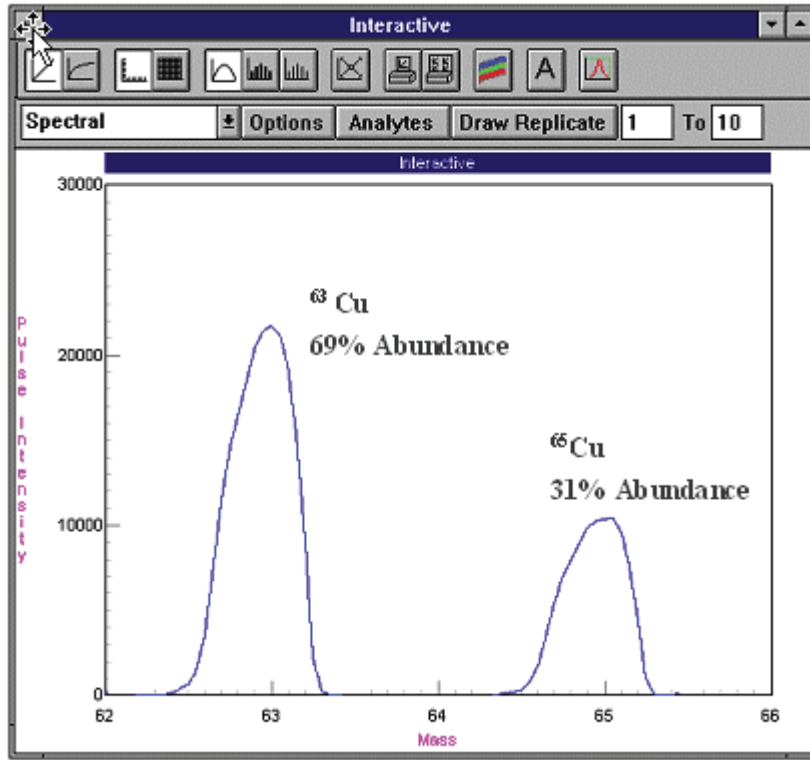
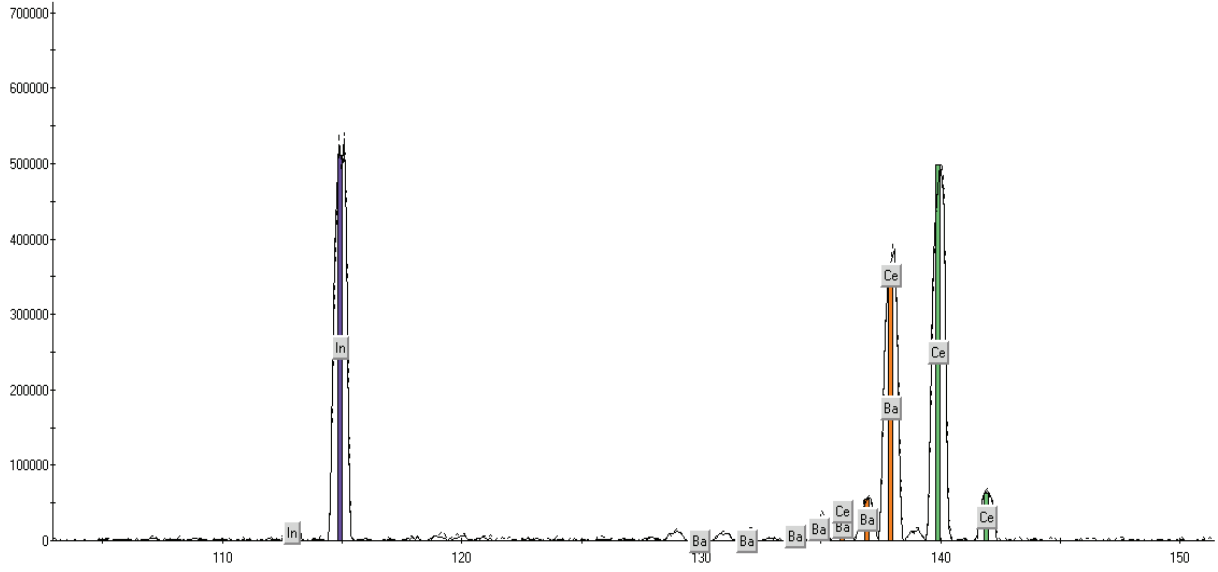
Matris etkilerinin sınırlandırılabilmesi için iç kalibrasyon kaçınılmazdır. Y sistemi sayesinde sıraya eklenebilir.

Matrisin çözeltisi çok önemlidir. Bu çözelti spektral aralıklara çok iyi hakim olduğunun göstergesidir.

Demir, krom, selenyum gibi bazı elementler için, reaksiyon-çarpma odasına sahip bir ICP-MS'e başvurma izobarik aralıklara hakim olmak açısından ve aşırı değerlendirmeler açısından son derece önemlidir.

ICP-MS yöntemi birden fazla elementin tayininde kullanılır. Tayin hassasiyeti birden fazla parametreye bağlıdır (bulutlandırıcının akıntısı, yüksek frekans jeneratörünün gücü, merceğe tansiyonu, merceğin tansiyon türü). Cihazların optimum ayarlamaları tüm elementler için aynı anda yapılamamaktadır.





ŞEMA: Nabız yoğunluğu/Kütle \Rightarrow Cu fazlalığı

Spektrofotometrik Analiz Yöntemleri

Bu yöntemler manüel olarak spektrofotometriye uyarlanabilir ancak incelemelerin çoğu renkli ve otomasyona uygun olup sürekli akım tekniğine uygundur. Otomatikleşmiş bir yöntemdir ve sıraya reaktifler eklenmektedir. Yöntemin en avantajlı analitik yanı oldukça hızlarının yüksek oluşudur. Mineral mikro kirlenmelerin analizi için spektrofotometrik analiz yöntemlerinin kullanılması birden çok nedenden dolayı tavsiye edilmemektedir:

- ✓ Mevzuatın gerekli kıldığı seviyelere ulaşmak için yeterince hassas olmamalarıdır.
- ✓ Tayin edilecek element miktarı fazla olan numunenin ön mineralizasyona tabi tutulmadan elementin toplam tayininin yapılamaması
- ✓ Kontrolü çok zor birden fazla aralığın bulunmasıdır

2.3. Al: ALÜMİNYUM

2.3.1. Amaç

Kaynak seviyesinde:

Alüminyum temelinde jeolojik kaynaklı olup (kayaların doğal değişimi, yeryüzü suları) suda alüminyuma üç şekilde rastlanabilmektedir: çözünmeyen, kolloidal ve çözünen (siliko-alüminatlara denk gelmekte), hidroksitler (organik veya karmaşık mineral formları).

Kaynak Sularının Üretilmesi Aşamasında:

Alüminyum tuzları (önceden polimerize edilmiş alüminyum sülfat) kimyasal reaktif olarak suların işlenmesi aşamasında pıhtılaşma evresinde kullanılmaktadır. Bu tuzlar suda belli bir pH'ta bulunur. Bu pH değeri sağlanamaz ise suda çözünmektedirler. İşleme alınan sularda alüminyum fazlalığı suların kalitesinin azalmasına neden olmakta ve flokülasyon sonrası olgular ile kanalizasyon depolanmasının oluşması için elverişli ortam sağlamaktadır.

2.3.2. Kapsam

Alüminyum insan için gerekli temel bir oligo-element değildir. İnsandaki etkileri kronik zehirlenme şeklindedir. Bazı vakalarda, örneğin mesleğinin icrası esnasında maruz kalmış veya hemodializde olanların, alüminyuma kronik olarak maruz kalınması halinde ensefalopati, psikomotor bozukluklar, osteomalasi şeklinde kemik dokusu zarar görür ve hematopoietik sistemi etkilenir. Örneğin: hipokrom anemi, günümüzde Alzheimer hastalığı şeklinde kendini gösterir.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200 µg/L

DSÖ Kılavuz değeri: 100 veya 200 µg/L

Kanada Sağlık : 100 veya 200 µg/L

ABD: 50 'den 200 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: yok

2.3.3. Standartlar

Bakınız alt-bölüm IV.2.2.

2.3.4. Prensip

Bakınız alt-bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt-bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Uygulama sahasında ölçüm sınırına kadar kalibrasyon yapılmaktadır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki alüminyum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek ve en az beş tane hazırlanır.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Al

2.3.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insan tüketim amaçlı sularda bulunan alüminyumun tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586/ N ISO 12020
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standarttan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.

Muhafaza sıcaklığı	
Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'deki soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ sıcaklıktaki soğuk odada muhafaza edilir	
Ölçüm limiti	Sonuçların ifade edilmesi
Yöntemine göre 1-10 $\mu\text{g/L}$ arasında	$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Aletler

- Alevli ve grafit fırınlı Atomik Emilim Spektrometresi (**Dalga boyu: 309.3 nm**)
- Spektrometre ICP/AES:

Dalga boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
308,215	Mn, V, Fe
396,152	Mo, Cu
167,08	Fe

- Spektrometre ICP/MS (tavsiye edilen izotop: **[27]**)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ veya $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$
- 1g/L Al ana stok çözeltisi
- Al ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5. Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6. Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Ölçüm kalibrasyon eğrisi üzerinden yapılmaktadır.

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilmektedir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.3.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 15 € arasında

2.4. Sb: ANTIMON

2.4.1. Amaç

Sulu ortamda antimon genellikle $Sb(OH)_6^-$ şeklinde çözünmüş kompleks olarak bulunmaktadır.

Kaynak seviyesinde:

Antimona yeryüzü kabuğunda nadir olarak rastlanmaktadır. En sık rastlanılan hali doğal antimon sülfür (SbS_2) olup, sülfürlü minerallerle bağlantılıdır. Genellikle galen ve pirit, taştta ve hidrotermal damarlarda kuvars ile ilişkilendirilmektedir. Antimon mineral sülfür açısından zengin olan yeraltı sularında bulunabilmektedir. Yarı iletkenlerin, plastiklerin, kimyasal ürünlerinin üretiminde kullanılmaktadır.

Halk suyu dağıtım ağı seviyesinde:

Kurşunsuz antimon, bazı sodyumlarda bulunur (Sb/Sn).

2.4.2. Kapsam

Antimon arseniğe çok benzemekte ancak zehirlilik oranı daha düşüktür

Avrupa Birliđi Sınır Deđeri: 5 µg/L

DSÖ Kılavuz deđeri: 5 µg/L

Kanada Sađlık: 6 µg/L

ABD: 6 µg/L

Dođal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliđi Sınır Deđeri: 5 µg/L

2.4.3. Standartlar

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

2.4.4. Prensip

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

Kalibrasyon ve dođrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve dođrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri, numunedeki antimon konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Sb

2.4.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Deđişiklikler

Deđişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan antimonun tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 - ISO CD 23914-2
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir. Bu durumda hidrürler yöntemi kullanılabilir. Antimon hidroliz olma eğilimindedir, ilave bir numune hazırlanır: 100 mL su içine 1,0 mL hidroklorik asit ilave edilir ve pH<1 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤ 10°C'deki soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 5°C ± 3°C sıcaklıktaki soğuk odada muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı Yöntemlere göre 0.2 - 10 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

Alevli ve grafit fırınlı atomik emilim spektrometresi ve hidrür yöntemi (Dalga Boyu: 217.6 nm)

Spektrometre ICP/AES:

Dalga Boyu

206,833

Bozucu Etki Yaratılan Elementler

Cr, Mg, Co Mn

217,581

Spektrometre ICP/MS:

(Tavsiye edilen İzotoplar: [121, 123])

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya Ni nitrat
- 1g/L Sb ana stok çözelti
- Sb ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5. Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6. Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifadesi edilmesi

Ölçüm kalibrasyon eğrisi üzerinden yapılmaktadır.

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

5. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.4.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 15€ arasında

2.5. As:ARSENİK

2.5.1. Amaç

Suda bulunan arseniğin %90'ı organik olmayan haldedir.

- İyi oksijenlendirilmiş sularda, arsenik (V) ($H_2AsO_4^-$ ve $HAsO_3^-$) olarak bulunmaktadır.
- Seyreltik ortamlarda, arsenik (III) (H_3AsO_4) olarak bulunmaktadır.
- pH oranındaki bir artış suda çözülmüş arsenik miktarını arttırabilmektedir.

Metilleştirilmiş MMAA (arsinik metilasit) türler ve DMAA (arsinik dimetilasit) suda yer alabilmektedir.

2.5.2. Kapsam

Yeraltı sularında, bazı alüvyon veya sülfür açısından zengin araziler hariç arsenik miktarı düşüktür. Arsenik sulu ortamlarda yaygın olarak bulunmaktadır.

Arsenik ve bileşenleri sanayide alaşım imalatı, mikroelektronik, tekstil veya zirai alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Kalsman CIRC: grup 1

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

OMS Kılavuz değeri: 10 µg/L

Kanada Sağlık: 25 µg/L

ABD: 10 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

2.5.3. Standartlar

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

2.5.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki arsenik konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L As

2.5.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insan tüketim amaçlı sularda bulunan arsenik tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 - EN ISO 11969
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir. Bu durumda hidrürler yöntemi kullanılabilir. arsenik hidroliz olma eğilimindedir, ilave bir numune hazırlanır: 100 mL su içine 1,0 mL hidroklorik asit ilave edilir ve pH<1 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma sırasında: soğutulmuş araç ≤ 10°C veya soğuk depolamalı izotermik kap Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 0.1 -10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Aletler

Alevli ve grafit fırınlı atomik emilim spektrometresi ve hidrür yöntemler (Dalga Boyu: 193.7 nm)

Spektrometre ICP/AES

- Dalga Boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
- 193,696	Fe, Al
- 197,197	Fe, Al
- 189,042	Al

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar: [75] aralıklar yaratanlar: ArCl, CaCl)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya Ni nitrat
- 1g/L As ana stok çözeltisi
- As ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5. Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6. Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir

- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişenin ön kontrolden geçirilir.

7. Hesaplama ve sonuçların ifadesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.5.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.6. Ba: BARYUM

2.6.1. Amaç

Suda bulunan baryum genellikle jeolojik kökenlidir. Suda az miktarda bulunması az çözünmesinden kaynaklanmaktadır. Doğal olarak suda baryum bulunamaz. Baryum 1 mg/L seviyesinde sülfat olarak değil, karbonat olarak rastlanır.

2.6.2. Kapsam

Avrupa Birliği Sınır Değeri: yok

DSÖ Kılavuz Değeri: 700 $\mu\text{g/L}$

ABD: 2000 $\mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 1 mg/L

2.6.3. Standartlar

Alt Bölüm IV.2.2'e bakınız .

2.6.4. Prensipler

Alt Bölüm IV.2.22'e bakınız.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.1 .

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki baryum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Ba

2.6.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan baryum tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğutulmuş araç ≤ 10°C veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemlere göre 0.2 - 10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
----------------------------------	---

ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.
-----------------	---

3 Prensi (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Aletler

Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
233,527	Fe, V
455,403	
493,409	
313,042	V
234,861	Fe
313,107	

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar: [135,138]) aralık yaratanlar

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- 1g/L Ba ana stok çözeltisi
- Ba ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5. Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6. Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7. Hesaplama ve Sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.6.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.7. B: BOR

2.7.1. Amaç

Dağıtım sularında önemli miktarlarda bora nadiren rastlanmaktadır. Bu element kalıntı sularında organik veya "lessiviel" desteklerin yer aldığı ortamlarda daha fazla bulunmaktadır. Deniz suyu yaklaşık 5 mg/L bor içermektedir. Tatlı suda bu miktar 0.5 mg/L'den daha düşüktür.

2.7.2. Kapsam

Avrupa Birliği sınır değeri: 1mg/L

OMS Kılavuz değeri : 0.3 mg/L

ABD: /

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: beklenmekte

2.7.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.7.4 Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bor konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Ba

2.7.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan bor tayininde kullanılır.	<u>Referans Standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - ISO 9390
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemlere göre 10 -25 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiþ (yukarıya bakınız)

4 Malzeme ve reaktifler

Malzemeler

Aletler

Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
208,959	Al, Mo
249,678	Fe, Cr
247,773	Fe

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar: [10, 11])

Temel Aralık Yaratanlar 11 BH

Spektrofotometre

Kolorimetrik yöntem "azometin H": Standart ISO 9390.

- Düşük asidik ortamda bulunan bor, azometin H ile miktarına baęlı olarak sarımtrak bir renk vermektedir. Spektrofotometre ile bor miktarı belirlenir. Bu yöntem bor miktarı fazla olan sularda kullanılmaz.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Azometin H
- 1g/L B ana stok çözeltisi
- B ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.

- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.7.6. Analiz Maliyeti

5 € -15 € arasında

2.8. Cd: KADMIYUM

2.8.1. Amaç

Kadmiyum tuzları asitlik derecesi düşük (pH'ı düşük) ortamda az çözülür.

Az miktarı bile zehirleyicidir. Sınaî kirliliğin olduğu durumlar hariç (özellikle de galvanoplastik) doğal sularda çok az miktarda bulunur. Şebeke sularında, galvanizli borulara bağlı olarak bulunabilmekte veya plastik malzemenin çözülmesinden dolayı da bulunabilmektedir.

2.8.2. Kapsam

Az miktarı bile zehirleyicidir. Şebeke sularında galvanizli borulara bağlı olarak bulunabilmekte veya plastik malzemenin çözülmesinden kaynaklanmaktadır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: $5\mu\text{g/L}$

DSÖ Kılavuz Değeri: $3\mu\text{g/L}$

ABD: $5\mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $3\mu\text{g/L}$

2.8.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.8.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki kadmiyum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve Sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cd

2.8.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan kadmiyum tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 / EN ISO 5961
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	

Ölçüm limiti Yöntemlere göre 0,1 - 5 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L
---	--

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 228.8 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:

214,438

226,502

228,802

Aralık Yaratan Elementler

Fe

Fe

As,Co

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar: [111, 114])

Temel aralık yaratanlar [114]: Sn

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya NH₄H₂PO₄
- 1g/L Cd ana stok çözeltisi
- Cd ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Cd olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.8.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.9. Cr: KROM

2.9.1. Amaç

İnsani tüketim amaçlı sularda kroma sık rastlanmaz. Krom atık sularda ve atık su filtreleme istasyonlarında bulunur.

Krom, üç değerlikli ve klorlu suda veya havalandırılmış suda altı değerlikli olarak bulunmaktadır. Şebeke sularında miktarı nadiren $10 \mu\text{g/L}$ 'yi geçmektedir.

Krom amfoter bir element olduğu için birden fazla şekilde bulunmaktadır. Doğal suların pH derecesi düşük olduğundan katyon halinde bulunur. Kromun varlığı galvonoplastik atıklarla bağlantılıdır.

2.9.2. Kapsam

Krom üç değerlikli temel bir oligo elementtir. Altı değerlikli kromun suda çözünürlüğü fazla olduğu için daha fazla bulunur ve zehirleyici etkisi büyüktür.

Avrupa Direktifi: $50 \mu\text{g/L}$

ABD: $100 \mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $50 \mu\text{g/L}$

2.9.3. Standartlar

Alt bölüme bakınız IV.2.2.

2.9.4. Prensip

Alt bölüme bakınız IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki krom konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cr

2.9.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan krom tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 – EN 1233
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.

Muhafaza sıcaklığı

Numuneler $\leq 10^{\circ}\text{C}$ soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada $5^{\circ}\text{C} \pm 3'$ de muhafaza edilir.

Ölçüm sınırı

1 -10 $\mu\text{g/L}$

Sonuçların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik**GÜVENLİK ÖNLEMLERİ**

Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.

ATIKLAR:

Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)**4 Malzemeler, reaktifler****Malzemeler****Aletler**

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli spektrometre (Dalga Boyu: 357.9 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:

205,552

267,716

283,563

284,325

Bozucu Etki Yaratan Elementler

Fe, Mo

Mn, V

Fe, Mo

Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen İzotoplar: [52, 53])

Temel Aralıklar

52 ArC, ArO, ClOH

53ClO, ArOH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$
- 1g/L Cr ana stok çözeltisi
- Cr ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Cr olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.9.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.10. Cu: BAKIR

2.10.1. Amaç

Kaynak Aşamasında

Doğal Kaynak: Bakır yerküre kabuğunu oluşturan elementler arasında olup (30 'dan 100 mg/kg) mineralleri şeklinde bulunur. Suda bakır klorür (CuCl_2), bakır hidroksit ($\text{Cu}(\text{OH})_2$), bakır sülfat (CuSO_4) veya bakır karbonat (CuCO_3) olarak bulunur.

Antropik Kaynak: Bakır pek çok sanayi dalında, elektrik tel üretiminde veya metalik alaşım (pirinç ve bronz) olarak kullanılmaktadır. Pirinç-bronz alaşımı, petrol rafinerisinde mercaptanın yok edilmesinde, ahşabın korunmasında ve zirai alanda kullanılır (ilaçlamalar, hayvanlar için ilaçlarda).

Dağıtım Ağı Aşamasında

Bakır, tesisat işlerinde (boru, ekleme, musluk) kullanılan farklı alaşımların bileşeninde (pirinç ve bronz) bulunmaktadır.

Bakır su dağıtımını sağlayan boruların paslanma durumunu sürekli kontrol edilmesini sağlamaktadır. Paslanma reaksiyonları sırasında, suda Cu^{2+} iyonları serbest kalmaktadır. Bu iyonların hidroksitleri ve sülfürlerinin oluşumu ile suyun tadı ve görüntüsü değişmektedir (mavimsi renk, metalik tat).

2.10.2. Kapsam

Bakır tuzlarının çoğu suda çözüldüğü halde doğal sulardaki miktarı genellikle 1 mg/L'den azdır.

Bakır insan metabolizması için temel bir oligo elementtir. Sudaki kötü tadı 1 veya 2 mg/L'dan itibaren hissedilmektedir.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 5µg/L

DSÖ Kılavuz Değer: 3 µg/L

ABD: 5 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 3 µg/L

2.10.3. Standartlar

Bakınız alt Bölüm IV.2.2.

2.10.4. Prensip

Bakınız alt Bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bakır konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cu

2.10.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insan tüketim amaçlı sularda bulunan bakır tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
Ölçüm limiti Yönteme göre 1-10 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 324.7 nm)

- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:

324,754

327,396

Bozucu Etki Yaratan Elementler

Ti, Fe,

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar: [63, 65])

- **Temel Aralık Yaratanlar**

63

ArNa MgCl, POO

65

ArNa, SOOH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Cu ana stok çözeltisi
- Cu ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Cu olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.10.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.11. Fe: Demir

2.11.1. Amaç

Demirin havalandırılmış sularda miktarı ender olarak yüksektir. Buna karşın yeraltı sularında (özellikle de tutucu tabakalarda), uygun çözünürlük koşullarında miktarı yüksek demire rastlamak mümkündür. Suda (Fe^{++}) veya (Fe^{+++}) koloidal formda, karmaşık organik mineraller veya hidroksit şeklinde bulunmaktadır. Demir, genelde magnezyum ile bağlantılıdır ve bu elementin bulunduğu ortamda bulunma olasılığı fazladır. Musluk suyundaki varlığı koagülasyon etkisi, pH seviyesinin iyi kontrol edilmemesi veya işleme sürecindeki bir aksaklığa işaret eder. İçme suyundaki miktarı genellikle 0.3 mg/L'nin altındadır.

2.11.2. Kapsam

Demir, insan vücudunun işlevi için gerekli bir element olup ona bağlı zehirlenmelere nadir olarak rastlanmaktadır. 0.3 hatta 0.1 mg/L üzerindeki demir varlığı renk, leke, tat bakımından tüketici açısından olumsuzluklar yaratır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200 µg/L

DSÖ kılavuz sınır değeri: 300 µg/L

ABD: 300 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: bulunmamaktadır.

2.11.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.11.4. Prensipte

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki demir konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Fe

2.11.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insan tüketim amaçlı sularda bulunan demir tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 3 - 5µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 248.3 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga boyu

259,940

238,20

Bozucu Etki Yaratan Elementler

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen iztop (normalize edilmemiş: [56]))

- Temel Aralık YarATICILAR

56

ArO, CaO

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Mg(NO₃)₂
- 1g/L Fe ana stok çözeltisi
- Fe ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Fe olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.11.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.12. Mn: MANGAN

2.12.1. Amaç

Mangan sularında:

- ✓ Çözünmüş halde (Mn^{++} , genelde karbonat veya bikarbonat şeklinde)
- ✓ Partikül
- ✓ Toplam mangan olarak bulunmaktadır.

Çözünürlük, pH seviyesine, çözünmüş oksijene ve karmaşık ajanların varlığına bağlıdır. Bu elementlerin yüzey sularındaki miktarı 0.05 mg/L ve yeraltı sularında 1 mg/L'ye ulaşabilmekte ve demir ile birlikte bulunmaktadır.

2.12.2. Kapsam

Mangan, insan vücudu için temel bir oligo elementtir. Mangan zehirlenmelerine çok ender rastlanır. Suda 0.15mg/L'dan yüksek miktarda mangan bulunması tüketici açısından rahatsız edici etkiler yaratabilir (siyah katman 0.05 mg/L'den itibaren, lekeler, kötü tat).

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 50 µg/L

DSÖ Kılavuz değeri: 100 µg/L

ABD: 50 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 500 µg/L

2.12.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.12.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki mangan konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Mn

2.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan mangan tayininde kullanılır.	<u>Referans Standartları</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 1.5-5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
----------------------------------	---

ATIKLAR:

Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayırışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensi (yukarı bakınız)**4 Malzemeler, reaktifler***Malzemeler***Cihazlar**

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli Spektrometresi (Dalga Boyu: 279.5 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
257,610	Fe, Mo, Cr
293,306	Al, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar (normalize edilmemiş: [55])

- **Temel Aralık yaratanlar**
- 55 NaS, ArOH, ArNH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Mn ana stok çözeltisi
- Mn ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol**Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:**

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Mn olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.12.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.13. Hg: CİVA

2.13.1. Amaç

Sulardaki varlığı $0.1\mu\text{g/L}$ seviyesinde olup yüzey sularında $0.1'$ den $1\mu\text{g/L}$ 'ye kadar civa bulunabilmektedir. Civa ve bileşikleri insan için zehirleyicidir (özellikle de civanın bakteriler ile değişikliğe uğramasından kaynaklanan metil-civa). Bu element sulak ortamda organizmalarda ve besin zinciri boyunca birikir.

2.13.2. Kapsam

Bu metot, sularda bulunan civanın tayinini kapsar.

Avrupa Birliği Değeri: $1\mu\text{g/L}$

DSÖ Kılavuz değeri: $1\mu\text{g/L}$

ABD: $2\mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $1\mu\text{g/L}$

2.13.3. Standartlar

Civanın uçuculuğu ve diğer elemeler ile etkileşmesinden dolayı bir çok önlem alınmasını gerektirmektedir. Günümüzde kullanılan çalışma yöntemleri ile kesin ve güvenilir sonuçlar ve analitik değerlendirmeler için numunenin muhafaza koşulları (reaktiflerden arındırma, malzemenin temizlenmesi, numunelendirme) önemlidir. Civa bileşiklerinin tamamen ayrışması için belli bir süre gerekmektedir. Az miktarda civa içeren numunelerde güvenilir sonuçlar elde etmek için kullanılan reaktiflerin azami saflık derecesinde olmaları çok önemlidir.

Soğuk Buhar ile Atomik Emilim Spektrometrisi

EN 1483.

Ölçüm Sınırı: 0.1 µg/L

Dalga Boyu: 253.7 nm

Bu yöntem, standart EN 12338'ye uygun olarak amalgam ile zenginleştirilmiş olarak kullanılabilir. Bu yöntem ile çok düşük miktarlarda yani 0.01 µg/L seviyesinde ölçüm yapılabilir. Bir ya da iki değerlikli civa; kalay klorür (SnCl_2) veya asitik ortamda sodyum tetrahidroborat (NaBH_4) reaktifi ile metalik civa formuna indirgenir. Kapalı bir kaptaki toplanan civa oda sıcaklığındaki bir gaz akımı ile atomik absorpsiyon spektrofotometresinin absorpsiyon ölçme hücresine gönderilir ve 253.7 nm dalga boyunda absorpsiyon ölçülür. Deney çözeltisinin absorpsiyon değeri ile civa miktarları bilinen kalibrasyon çözeltilerinin absorpsiyon değerleri karşılaştırılarak numunenin civa konsantrasyonu ölçülür.

İnterferanslar

Plastik malzemelerden civa buharı yayılabildiği için malzeme seçiminde bu durum göz önünde bulundurulmalıdır. Uçucu organik maddeler UV'de absorpsiyon için civa ile karıştırılabilir. Bu yüzden organik maddeleri indirgemek için potasyum permanganat/potasyum peroksidisülfat kullanılır. Ultrasonik yöntem ile organik maddeleri indirgemek için otoklav veya mikrodalga kullanılır. Yükseltgen fazlası amonyum hidroksi klorür ile indirgenir.

Floresan Atomik Spektrometre

EN 13506 ve ISO 17582.

Ölçüm Sınırı: 0.01 µg/L

Dalga Boyu: 253.7 nm

2.13.3. Prensiptir

Deney numunesi brom çözeltisi ile indirgenir. Analizden önce askorbik asit ilave edilerek brom fazlası ortamdaki uzaklaştırılır. Numunede bulunan civa (II), kalay (II) klorür tarafından civa buharına indirgenir ve argon akımı ile çözeltiden sürüklenir. Numunedeki nem sürekli gaz akımı ile uzaklaştırılır. Civa buharları floresan atomik spektrometre ile tespit edilir.

İnterferanslar

Floresan hücresinde su veya aerosol buharı ve çözünmüş gazlar atomik floresan sinyalinin zayıflamasına ve yok olmasına neden olur.

Çözünmüş gazlar indirgenme evresinde, su buharı ise gaz vektöründen hidroskopik katman aracılığı ile uzaklaştırılır. Civa ile etkileşen sülfür, iyodür ve bromür anyonları beklenen sinyalin zayıflamasına neden olur. Bunun yanında altın, gümüş ve platin gibi soy metaller civa buharı ile amalgam oluşturarak sinyalin zayıflamasına neden olur.

Floresan atomik spektrometre yönteminde uçucu organik maddeler interferansa yol açmazlar.

Prensip

- **Soğuk Buhar ile Atomik Emilim Spektrometresi**

İndirgen olarak kalay klorür ve sodyum tetra borat kullanılır. Bir ve iki değerlikli civa asitli ortamda element haline indirgenir. Çözelti halinde olan civa gaz akımı ile ölçüm hücresine taşınır.

- **Floresan Atomik Spektrometresi**

Deney numunesi brom çözeltisi ile indirgenir. Brom çözeltisi civanın çözücüsü olarak bilinmektedir (tüm organik civa türevleri).

Analizden önce, brom fazlası askorbik asidi ile ortamdan uzaklaştırılır. (bakınız A.2).

Numunede bulunan civa (II), kalay(II)klorür tarafından civa buharına indirgenir ve argon akımı ile çözeltiden sürüklenir. Numunedeki nem, sürekli gaz akımı ile uzaklaştırılır. Civa buharları floresan atomik spektrometre ile tespit edilir.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Civa analizi yapılmadan önce numune nitrik asit ortamda hazırlanan potasyum dikromat çözeltisi ile sabitletir. Numuneye potasyum dikromat çözeltisinin fazlası ilave edilir. Numunede potasyum dikromat çözeltisinin göstergesi olan sarı turuncu renk belirsiz ise biraz daha ilave edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon eğrisi numunedeki civa konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek en az beş noktada çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Hg olarak ifade edilir

2.13.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan civanın tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN 1483 - EN 13506 - ISO 17582
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1 dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı Yöntemlere göre 0,01-0,1 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3. Prensipte (bkz. Yukarı)

4. Malzeme ve reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Atomik soğuk buhar emilimi spektrometresi (Dalga Boyu: 253.7 nm.)
- Floresan atomik spektrometresi (Dalga Boyu: 253.7 nm.)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Nitrik asit (Analitik saflıkta)
- Potasyum dikromat

- Brom
- Askorbik asit
- Kalay (II) klorür
- 1g/L Hg ana stok çözeltisi
- Hg ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- ✓ Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- ✓ Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Hg olarak ifade edilir

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.13.6. Analiz Maliyeti

5 €-15 € arasında

2.14. Ni: NİKEL

2.14.1. Amaç

Suda nikel çözünebilir tuzları halinde bulunur (klorür, nitrat, sülfat ve daha az ölçüde, karbonat (NiCO_3) ve hidroksitler (Ni(OH)_2)).

Bulaşma kaynakları

Kaynak Seviyesinde:

Doğal Kaynak: Nikel doğada yeryüzünün kayalık yerlerinde sıklıkla rastlanılan bir element olup miktarı genelde 1 µg/L' den azdır. Bazı bazaltik volkanik (Yeni Kaledonya) ve mineralize damarlara yakın bölgelerde miktarı daha yüksektir.

Antropik Kaynak: Nikel maden çıkarma, demirli olmayan metallerin değişimi, maddelerin geri dönüşümü, cam, seramik, mücevher ve tıbbi protez üretimi gibi pek çok endüstri alanında kullanılmaktadır.

Dağıtım Kanalları Seviyesinde:

Nikel farklı tesisat parçalarının bileşeninde yer almaktadır (boru, ekleme, musluk).

Nikel sindirim ve deri için alerjik olabilmektedir.

2.14.2. Kapsam

Nikel farklı tesisat parçalarında kullanılmaktadır (borular, bağlantılar, musluklar).

Nikel sindirim ve deri için alerjik olabilmektedir.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 20µg/L

DSÖ Kılavuz Sınırı: 20 µg/L

Kanada Sağlık: hazırlıkta

ABD: /

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 20 µg/L

2.14.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.14.4. Prensipler

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki nikel konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Ni

2.14.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda nikel tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 1-10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiip (yukarı bakınız)

4 Malzeme ve reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometre (Dalga Boyu: 232.0 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
231,604	Al, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar [58, 60])

Temel Aralık Yaratanlar

[58]	Fe, CaO, CaN, NaCl, MgS
60	CaO, CaOH, MgCl, NaCl

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücü: Mg(NO₃)₂
- 1g/L Ni ana stok çözeltisi
- Ni ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Ni olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.14.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.15. Pb: KURŞUN

2.15.1. Amaç

Kurşunun sulu ortamda bulunma olasılığı bir çok faktöre bağlıdır. Bunlar pH, sıcaklık, alkalik özellik ve özel kanalizasyonlardaki suyun durgunluk süresidir. Sulu ortamda, kurşun iyon veya kompleks şeklinde bulunur.

Kaynak Sevyesinde:

Yeraltı sularındaki miktarları, pH seviyesinin asidik olduğu maden bölgeleri hariç son derece düşük seviyelerdedir. “**Sedimentli**” bölgelerde de kurşun tutulmaktadır.

Kurşunun benzinden kaldırılmasından sonra yağmur sularında bulunma olasılığı çok azalmıştır. Kurşunu kullanan sanayiler en önemli atık üretenler arasında olup, genelde bu atıklar ince toz halinde olduğu için kurşunun çözünmesi kolay olmamaktadır.

Dağıtım Ağı Seviyesinde:

Kurşunun çözünmesi kanalizasyon, kaynak veya ağın bağlantı yerlerinde olabilmektedir. Bazı plastikler, kalay kaynakları kurşunun yayılmasından sorumlu olabilmektedir. Kurşunun miktarı, pH, sıcaklık ve TAC gibi fiziksel ve kimyasal parametrelere bağlıdır.

Kurşun zehirli bir element olup vücutta birikir. CIRC’ye göre ‘2b’de sınıflandırılmıştır.

2.15.2. Kapsam

Kurşunun çözünmesi kanalizasyon, kaynak veya ağın bağlantı yerlerinde olur. Bazı plastikler, kalay kaynakları kurşunun yayılmasını sağlar. Kurşunun miktarı, pH, sıcaklık ve TAC gibi fiziksel ve kimyasal parametrelere bağlıdır.

Kurşun zehirli bir element olup vücutta birikir. CIRC’ye göre ‘2b’de sınıflandırılmıştır.

Avrupa Birliđi Sınır Deęeri: 10 µg/L

DSÖ Kılavuz Deęeri: 10 µg/L

Kanada Saęlık: 10 µg/L

USA: 15 µg/L

Doęal Mineral Kaynak Suları İin Avrupa Birliđi Sınır Deęeri: 10 µg/L

2.15.3. Standartlar

Bakınız alt bۆlüm IV.2.2.

2.15.4. Prensip

Bakınız alt bۆlüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bۆlümüne bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doęrulama

Ölüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doęrulama yapılır.

Kalibrasyon eęrisinin hazırlanması

Kalibrasyon özelteleri numunedeki kurşun konsantrasyonunu de iine alacak şekilde stok özeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eęrisi izilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerekleştirebilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Pb

2.15.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Deęişiklikler

Deęişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda kurşun tayininde kullanılır.	Referans standartları - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı Yöntemlere göre 0,1-1 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme , reaktif

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 283.3 nm)

- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu

220,353

283,306

Bozucu Etki Yaratan Elementler

Al, Co, Ti

- Spektrometre ICP/MS

- **(Tavsiye edilen izotoplar [206, 207, 208])**

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ + NH₄H₂PO₄
- 1g/L Pb ana stok çözeltisi
- Pb ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Pb olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.15.6. Analiz Maliyeti

5 € -15 € arasında

2.16. Se: SELENYUM

2.16.1. Amaç

Genelde sularında selenat (SeO₄²⁻) veya selenit (SeO₃⁻) şeklinde bulunmaktadır. Sular 10 µg/L düzeyinde selenyum içermektedir. Yüzeysel sularında selenyum varlığının kaynağı toprağın yıkanmasıdır.

2.16.2. Kapsam

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

DSÖ Kılavuz Değer: 10 µg/L

Kanada Sağlık: 10 µg/L

ABD: 50 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

2.16.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.16.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki selenyum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Se

2.16.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda selenyum tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3"de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 1-5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensi (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, hidrür alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 196.0 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu

196,026 nm

203,985 nm

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen İzotoplar [77, 78, 82])

Temel Aralıklar

77 CaCl, ArCl, ArArH

78 ArAr, CaCl[82]

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücüsü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Ni (Nitrat şeklinde)
- 1g/L Se ana stok çözeltisi
- Se ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Se olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.16.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.17. Zn: ÇİNKO

2.17.1. Amaç

Doğal sularda çinko miktarı genellikle düşük olup partiküllü maddeler tarafından emilimi ile miktarı daha da azalmaktadır. Su tesisatındaki galvanizli borularda bulunan çinkonun çözülmesi ile miktarı 0.01 ve 1 mg/L aralığında değişmektedir. Çinko bir oligo element olup insan için gereklidir. İçme suyunda bulunan çinko insanlar için zehirli değildir. Çinko miktarı yüksek olan suların tadı kötüdür.

2.17.2. Kapsam

Çinko bir oligo element olup insan için gereklidir. İçme suyunda bulunan çinko insanlar için zehirli değildir. Çinko miktarı yüksek olan suların tadı kötüdür.

Avrupa Birliği Sınır Değer: "sular sert olmamalıdır"

DSÖ Kılavuz Değeri: -

ABD: 5 mg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: -

2.17.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.17.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki çinko konsantrasyonunu de içine şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Zn

2.16.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda çinko tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 1-5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipte (yukarı bakınız)

4 Malzeme , reaktifler

Malzeme

Aletler

- Grafit fırın, hidrür alev modunda atomik emilimli spektrometre (Dalga Boyu 213.9 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
-------------	--------------------------------

206,191	Cr
213,856	Cu, Ni, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen izotoplar [64, 66, 68])

Temel Aralık Yaratanlar

64	Ni, AlCl, SS, SOO, CaO
66	PCI, SS, FeC, SOO
68	FeN, PCI, ArS, FeC, SS, ArNN, SOO

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Zn ana stok çözeltisi
- Zn ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uyqulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Zn olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.17.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.18. CN: TOPLAM SİYANÜR

2.18.1. Amaç

Doğal sularda siyanür miktarı genellikle çok düşüktür (< 100 µg/L). Siyanür sınıai ve zirai atıklarda bulunmaktadır. Suyun pH'ına göre hidrojen siyanürden ayrılan siyanür iyonlarının miktarı değişmektedir.

Siyanürün en zehirli şekli hidrojen siyanürdür . Siyanür miktarı pH'a, sıcaklığa ve suyun iyonik gücüne göre değişmektedir. Siyanürün zehirleyici etkisi pH'nin azalması ile artmaktadır. Klor, peroksit veya ozon gibi oksidanların ilave edilmesi siyanürün oksidasyonuna yol açmakta ve siyanat oluşumu ile zehirleyici etkisi 1000 kat azalmaktadır. Azot ve anhidrit ile tam bir oksidasyon gerçekleşir.

2.18.2. Kapsam

Siyanürün zehirleyici etkisi pH'nin azalması ile artmaktadır. Klor, peroksit veya ozon gibi oksidanların ilave edilmesi siyanürün oksidasyonuna yol açmakta ve siyanat oluşumu ile zehirleyici etkisi 1000 kat azalmaktadır. Azot ve anhidrit de oksidasyona neden olmaktadır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 50µg/L

DSÖ Kılavuz Değeri: 70 µg/L

ABD: 200 µg/L

Mineral Doğal kaynak suları (16 Mayıs 2003 Yönergesi): 70 µg/L

EMN için Avrupa Birliği Sınır Değeri: 70 µg/L

2.18.3. Standartlar

ISO 6703-1 göre renk değişimine göre siyanür tayini yapılır.

Bu yöntem EN ISO 14403 göre sürekli akım ile otomatikleştirilir.

Ölçüm Limiti: 3 – 10 µg/L arasındadır.

2.18.4. Prensip

Bakır (II) sülfat, kalay (II) klorür siyanür komplekslerinin sülfürik asit varlığında çözünmesi ve geri soğutucu altında ısıtılması sonucu oluşan hidrojen siyanür akım gazı ile sürüklenir ve serbest kalan asit, sodyum hidroksit çözeltisinde toplanır.

Numuneye kloramin T, piridin-fenil-1 reaktifi ve metil-3 pirazolone eklenmesi ile oluşan karışım 620 nm dalga boyunda spektrofotometrede ölçülür.

Ölçüm yöntemi:

Serbest siyanürler: Serbest kalan siyanürler iyon halindeki siyanür, metalik siyanür ile bağlantılı toplam siyanür ve toplam organik siyanürlerdir. Kompleks kobalt ve tiyosinat formundaki siyanürler istisna teşkil etmektedir.

Karmaşık siyanürler pH 3,8'de UV ışınlarının etkisinde ayrışır. UV-B (312 nm) lambası 290 nm'den az dalga boyu olan UV ışınlarının filtrelenmesi için kullanılan borosilikat bobini içerir. Bu şekilde tiyosiyanat'ın dönüşümü engellenir. Daha büyük dalga boyu olan UV lambası (351 nm) ise en az 20 nm'de ışık yayan kuars veya politetraflororetilden (PTFE) yapılmış bir bobin içerir. pH 3,8'de hidrojen siyanür oluşur ve 125 °C'de distilasyon ile veya 30 °C'de hidrofob bir yüzeyden yayılan gaz ile ayrıştırılır. Hidrojen siyanür miktarı spektrofotometre ile ölçülmektedir. Siyanürün kloramin-T ile reaksiyonu sonucunda oluşan siyanoklorür piridin-4-karbonik asit ve dimetil-1,3-barbütirik asidi ile verdiği kırmızımsı rengi spektrofotometre ile ölçülür. UV lambası serbest siyanürün tespiti sırasında söndürülmelidir. pH 3,8'de olan numunedeki hidrojen siyanürünü ayrıştırılmak için numuneye çinko sülfat çözeltisi ilave edilerek seyreltilir. Bunun amacı çinko siyano-ferrat karmaşık yapısı halindeki tüm demir siyanürlerin çökmesidir. Çökeltme işlemi numune seyreltilerek yapılır.

İnterferanslar

Klor gibi oksidanlar siyanürlerin çoğunu ayrıştırır. Oksidanları uzaklaştırmak için askorbik asit ilave edilerek nötralizasyon işlemi gerçekleştirilir.

Hidrojen siyanürün ayrıştırılmasında hat üzerinde seyreltme düzeneğinin kullanımı esnasında, 10 g/L'dan fazla tuz bulunuyorsa bu seyreltme bobininin tıkanmasına neden olur.

Numunede bulunan partiküller dolaşım tüplerinin tıkanmasına neden olur. Bu durumun şebeke sularında gerçekleşme riski oldukça düşüktür.

Tiyosiyanatın bozucu etkisi azdır.

Numune alma ve hazırlanması

Hidrojen siyanürün uzaklaşması riskine karşı siyanürü sabitlemek için sodyum ilave edilir.

Numune alımından hemen sonra gerekir ise filtreleme ile (> 0.1 mm) numune büyük partiküllerden arındırılmalıdır.

Su numunelerinin pH'ı sodyum hidroksit çözeltisi ile 12'ye ayarlanır. Bu işlem sırasında sodyum hidroksit çözeltisinin neden olabileceği seyreltmenin az olmasına dikkat edilmelidir. Diğer mineral mikrokirleticilerden farklı olarak analizin çok hızlı bir şekilde yapılması gerekir. Numune alımından sonra en geç 3 gün içerisinde numune analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki siyanür konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analiz esnasında tiyosiyanat çözeltisinden (normalde <1 %) ve demir-siyanürden alınan sonuçların kontrol edilmesi önemlidir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L CN olarak ifade edilir.

2.18.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda siyanürün tayininde kullanılır	<u>Referans standartları</u> - ISO 6703-1 EN ISO 14403
<u>Muhafaza</u> Siyanürler sodyum ile sabitlenir. Bu şekilde her tür hidrojen siyanür kaybı engellenmiş olur.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 3 -10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensiip (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Moleküler emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 620 nm)
- UV lambası ile donatılmış sürekli akım inceleme aleti

Reaktifler

- Deiyonize su
- Sodyum hidroksit (Analitik saflıkta)
- Bakır (II)sülfat
- Kalay (II) klorür
- Çinko sülfat
- Sülfürik asit
- Kloramin - T
- Piridin asit-4-karbonik
- Dimetil asit-1,3-barbitürik
- piridin-fenil-1 metil-3 pirazolon reaktifi
- Sodyum veya potasyum siyanür
- 1 g/L CN⁻ çözeltisi
- CN⁻ ara standart çözeltisi
- CN⁻ kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L CN⁻ olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.18.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arasında

2.19. BrO₃⁻ / ClO₂³⁻: BROMAT VE KLORİT

2.19.1. Amaç

Kloritler

İnsani tüketim amaçlı sularda klorit miktarı oksidasyon öncesi dezenfeksiyon veya ozonlama aşamalarındaki klordioksit oranına bağlıdır. Klor dioksit'den kaynaklanan klorit iyonlarının oluşumu ortalama 30 ile 60 dakika arasında gerçekleşmektedir. % 50-70'i tepkimeye giren klor dioksitten klorit iyonları oluşmaktadır. Hümkik maddeler açısından zengin sularda tepkimeye giren klordioksit oranı % 80 olur. Bu değer halk sağlığı mevzuatında 200 µg/L'e denk gelmektedir.

Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ) 1994 yılında bu değerini 0,2 mg/L kabul etmiştir. Dezenfektan olarak klordioksitin kullanımı mevcut limitin aşılmasına neden olduğu halde dezenfeksiyon işlemini engelleyecek bir unsur olarak değerlendirilmemelidir." (DSÖ, 1996).

Klordioksit'in işleme alınması esnasında oksit - azaltımı reaksiyonları meydana gelmekte ve klorit iyonları (50%), klorür iyonları (40%) ve klorat iyonları (10%) meydana gelmektedir.

Bromatlar

İçme suyunun ozon ve ozon hidrojen peroksid karışımı ile dezenfeksiyonu bromat oluşumuna yol açar.

Bromatın varlığı suyun çamaşır suyu ile klorlanmasında kaynaklanır.

Bromatlar son derece zehirleyici ve kanserojendir (CIRC'nin grup 2B).

2.19.2. Kapsam

Kloritlerin sudaki varlığı, oksidasyon öncesi klordioksitten veya insani tüketim amaçlı suların dezenfeksiyon işleminden kaynaklanmaktadır.

İçme suyunun ozon ve ozon hidrojen peroksid karışımı ile dezenfeksiyonu bromat oluşumuna yol açabilir.

Literatürde birden fazla kılavuz ve referans değeri bulunmasına rağmen. içme suyu yönergelerinin güncellenmesi kapsamında Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ) tarafından kloritler için 700 µg/L'e sınır değeri önerilmiştir.

Kloritler

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200µg/L

DSÖ değeri: 700µg/L

Kanada Sağlık: /

ABD: 800-1000 µg/L

Bromatlar

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10µg/L

DSÖ kılavuz değeri: 25 µg/L (geçici)

ABD:10 µg/L

Doğal Kaynak Suları Avrupa Birliği Sınır Değeri: 3 µg/L

2.19.3. Standartlar

İyon Kromatografi: EN ISO 10304-4 ve EN ISO 15061.

2.19.4. Prensipte

İyon kromatografisinde ayrışım kolonu ile klorat, klorür ve klorit anyonlarının ayrıştırılması mümkündür. Durgun faz olarak düşük kapasiteli anyon değiştirici ve eluent olarak zayıf monobazik ve dibazik asitleri tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Anyonlar iletkenlik (CD), ultraviyole (UV) ve amperimetrik (AD) detektörler ile tespit edilir. İletkenlik detektörü kullanıldığı zaman, eluentlerin iletkenliği düşük olmalıdır. Bu nedenle bu dedektör kullanıldığında eluentlerin iletkenliğini azaltmak ve numunenin asit türlerini değiştirmek için katyon değiştirici gibi post kolon reaktörler kullanılır.

İnterferanslar

Numunede bulunan organik asitler ve iyonların kolonda ayrışmasını benzer özellikteki iyonlar engeller.

Numune alma ve hazırlanması

Numune alma ve koruma işlemleri ISO 5667-1, ISO 5667-2 ve ISO 5667-3'e göre yapılır.

Numune alma için temiz polietilen kaplar kullanılır.

Numune alımından sonra ortamda bulunan herhangi bir ozonun hemen uzaklaştırılmasıyla daha fazla bromat oluşumu engellenir. Örneğin 1 L numuneye 50 mg etilendiamin ilave edilir.

Kalibrasyon ve Doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bromat ve klorit konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analiz sırasında kolonların performanslarının izlenmesi ve çözünürlüğün kontrolü önemlidir.

Kolonun önceki analizden kirlenmiş olabileceği riskine karşı eluent geçirilerek kolon temizlenir. Kolonun temizlenip temizlenmediği kontrol çözeltileri ile kontrol edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L BrO}_3^-$ ve $\mu\text{g/L ClO}_2^{3-}$

2.19.5. Kalite Yöntemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartlar</u>
Yöntem, insani tüketim amaçlı sularında ve havuz sularında klorat, klorür, klorit ve bromat anyonlarının tayininde kullanılır.	- EN ISO 10304-4 - EN ISO 15061
<u>Muhafaza</u> Numune dezenfekte edilmeden önce oksidan kalıntılardan arındırılması gerekir. Bu amaçla, etilen diamin ilave edilir. Bu muhafaza ajanının iki görevi vardır: ✓ Oksidan kalıntılardan arındırmak ve ilerde oluşabilecek oksidasyonu engellemektir. ✓ Demir gibi elementlerin kloritlerle kelat oluşumunu engellemektir. Klorit ve kloratların tayininden önce numunede olabilecek klordioksidin uzaklaştırılması gerekir. Numuneler renkli cam şişelerde veya polietilen şişelerde ışıktan uzak, karanlık bir yerde muhafaza edilmelidir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami inceleme süresi: $5^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$ 'de 14 gündür. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.

Muhafaza sıcaklığı

Numuneler $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada $5^{\circ}\text{C} \pm 3'$ de muhafaza edilir.

Ölçüm sınırı

Kloritler: 50 $\mu\text{g/L}$
Bromatlar: 5 $\mu\text{g/L}$
Kloratlar: 30 $\mu\text{g/L}$

Sonuçların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik**GÜVENLİK ÖNLEMLERİ**

Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.

ATIKLAR:

Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)**4 Malzemeler, reaktifler**

Malzemeler:

Aletler

- İletkenlik detektörü (CD), UV detektörü (UV) ve amperimetrik dedektör (AD), ayrırma kolonlarıdır.

Reaktifler

- Deiyonize Su
- Sülfirik Asit
- Nitrik Asit
- Sodyum karbonat
- Etilen diamin
- Potasyum bromat
- Sodyum klorit
- Potasyum klorat
- 1 g/L Bromat ana standart çözeltisi
- 1 g/L Klorit ana standart çözeltisi
- 1 g/L Klorat ana standart çözeltisi

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.19.6. Analiz Maliyeti

30 € ile 70 € arasında

2.20. F: FLORÜR TAYİNİ

Elektrokimyasal yöntem (ISO 10359-1)

2.20.1. Amaç

Sularda bulunan florür miktarı reaksiyonlar aracılığıyla zemin ve kayalıklar arasında veya antropik katılımlarla kontrol edilir.

Florür miktarı belli olan suların kullanımı dış sağlığı bakımından olumlu etkiler sağlar. Ancak florür miktarı fazla olan suların kullanımı tehlikeli bir hastalığa ve sakatlığa neden olan florsa hastalığına neden olur.

2.20.2. Kapsam

İnsanlarda florürün eksikliği veya fazlalığı iyileştirilmesi mümkün olmayan sağlık etkileri nedeniyle Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ) tarafından florür değeri 1,5 mg/L' ye düşürülmüştür.

2.20.3. Standartlar

Florür Tayini: Elektrokimyasal yöntem (ISO 10359-1).

2.20.4. Prensip

Florürler standartlara göre, florür iyonu elektrodu ile referans elektrod kullanılarak ölçüm yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler alındığı yerde veya analizden önce filtrelendir. Numune alım şişesi plastik olmalıdır.

Uygulama

0,1 mg/L-10 mg/L aralığında kalibrasyon eğrisi çizilir.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki florür konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve 0,1 mg/L-10 mg/L aralığında en az üç noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

1 g/L standart florür çözeltilerinden deiyonize su ile seyreltilerek 0,1 mg/L-10 mg/L aralığında standart kalibrasyon çözeltiler hazırlanır. 10 mL numuneye 1 mL TISAB III eklenir ve pH-kağıdı ile pH değerinin 5- 8 aralığında olup olmadığı kontrol edilir. İyonmetre ile ölçüm yapılır. Florür miktarı doğrudan mg/L olarak okunur.

Sıcaklık farkının 5°C'yi aşmamasına (bunun için numune 20°C'de termostat içinde bekletilir) dikkat edilir.

Florür miktarı 0.5 mg/L' den düşük ise numunelerde elektrodun duyarlılığı azdır. Bu nedenle sabit bir değer gözlenene kadar beklenir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L F olarak ifade edilir

2.20.5.Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, florür miktarı düşük olan insani tüketim amaçlı sularında ve havuz sularında florür anyonlarının tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı:</u> - ISO 10359-1
--	--

Muhafaza Numuneler 5°C±3°C'de polietilen kaplı şişelerde karanlıkta muhafaza edilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami inceleme süresi: 5°C±3°C'de 15 gündür. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı 0.05 mg/L F	Sonuçların ifade edilmesi mg/L F

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiy (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler:

Florür seçici elektrod içeren iyonmetre

Reaktifler

- Ticari olarak florürün 1g/L ana standart çözeltisi satılır ve maksimum 1 yıl kararlıdır.
- Kullanılacak deiyonize su belli sıcaklıkta olmalıdır.
- TISAB III (Toplam iyon şiddetini ayarlayan tampon)
- Kontrol çözeltisi : 0,525 mg/L F

5 Uygulama

1 g/L standart florür çözeltisinden deiyonize su ile seyreltilerek 0,1 mg/L-10 mg/L aralığında kalibrasyon standart çözeltiler hazırlanır. 10 mL numuneye 1 mL TISAB III eklenir ve pH- kağıdı ile pH değerinin 5-8 aralığında olup olmadığı kontrol edilir. İyonmetre ile ölçüm yapılır. Florür miktarı mg/L olarak doğrudan okunur.

Sıcaklık farkının 5°C'yi aşmamasına (bunun için numune 20°C'de termostat içinde bekletilir) dikkat edilir.

Florür miktarı 0.5 mg/L' den düşük ise numunelerde elektrodun duyarlılığı azdır. Bu nedenle sabit bir değer gözlenene kadar beklenir.

6 Kontrol

0.1 mg/L - 10 mg/L florür konsantrasyon aralığında, iyonmetre 3 standart çözelti ile kalibre edilir. Kalibrasyon sonunda iyonmetrenin mV değeri 25 °C' de 54-60 mV aralığında olmalıdır.

0,1 ve 0,5 mg/L florür içeren iki numunenin kalibrasyon aralığı 0.1-1 mg/L arasında olmalıdır.

Her serinin analizinden önce 0.525 mg/L F⁻ kontrol çözeltisi okutulmalıdır. Okunan değer kontrol kartlarına not edilmelidir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.20.6. Analiz Maliyeti

10 €- 15 € arasında

ALT BÖLÜM 3

ORGANİK KİMYA ANALİZLERİ

3.1. PESTİSİT KALINTILARINA İLİŞKİN GENEL DEĞERLENDİRMELER

Türkiye’de kullanılan birçok aktif madde insani tüketim amaçlı sular için tehlike arz etmektedir.

Her farklı havza için ve bu aktif maddelerin kullanım dozajına, aynı zamanda fiziko kimyasal toksisite özelliklerine göre bir envanter yapılmalıdır. Daha sonra bu envantere göre denetim ve kontrol mekanizmalarında yer alması sağlanmalıdır.

Zirai ilaç gruplarının sulardaki analizleri için aşağıdaki geçerli standart yöntemler kullanılmaktadır:

- EN ISO 6468
- EN ISO 10695
- EN ISO 11369
- EN ISO 15913
- EN 12918

Bu metodları diğer metodlarla karşılaştırılarak valide edip en uygun metodla sonuca ulaşılabilir.

Glifosat, glüfosinat, aminotriyasol, dikuat ve parakuat gibi bazı maddelerin uluslar arası ISO metodları bulunmamaktadır.

ISO Standartları ile örtüşmeyen maddeler için diğer teknik bilgileri, ihtiyaç halinde ifade edilecektir.

3.2. BENZEN

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap bağlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve diğer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.2.1. Amaç

Benzenik türevlere ait çok sayıda organik madde yerüstü ve yeraltı sularında saptanmıştır.

Yeraltı sularında benzen ya da türevlerinin neden olduğu kontaminasyonların birçoğu boru hatlarında, solvent ya da stok tanklarındaki sızmalara, dağılmalara, aktarmanın neden olduğu geçişlere ya da sanayi atıklarının stoklanması gibi olaylara bağlıdır. Sanayi ve evsel atıklar aynı zamanda kontaminasyon kaynağı oluşturmaktadır. Genellikle, zayıf konsantrasyonlu BTEX ler, metil terbütül eter (MTBE) gibi yüksek konsantrasyonlu diğer kontaminasyonlarla birlikte bulunurlar.

Bu araştırma insani kullanım amaçlı sularda ya da insani kullanım için üretilecek sulara yönelik sularda bu bileşimlerin yokluğunu denetlemeyi amaçlar.

Benzen, kimya sanayide çok fazla kullanılan bir solvent çeşididir ve ilaçların, plastiklerin, sentetik kauçukların ya da boyaların kimyasal sentezleri için önemli olan bir tetikleyicidir. Benzen, ham petrolden oluşan doğal bir maddedir, ancak petrolde var olan diğer organik bileşenlerden başlanarak sentez edilir.

3.2.2. Kapsam

Halk Sağlığı planı üzerinde, benzen kanserojen bir maddedir, BTEX lerin en zehirlisidir. İnsani kullanım amaçlı sulardaki benzen oranı 1 µg/L değerini aşmamalıdır.

Toluen, etilbenzen ve xylene izomerler daha az zehirlidirler. Karsinojen özelliklerine dair hiç bir kanıt ortaya çıkmamıştır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sulardaki kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.2.3. Standartlar

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap bağlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve diğer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.2.4. Prensipte

Belirlenen bir miktar, akabinde emilimi olan uçucu bileşenlerinin ayrıştırmak için inert gazın belirlenen bir miktarıyla tahliyesi edilir. Piegeaj aşağıdaki şekillerde yapılabilir:

- Uçucu maddeler kolonda tutulur sonra ısı uygulanarak bu maddelerin uygun dedektör ile izlenerek tayini gerçekleştirilir.

Gaz tahliye etme süreci tamamlanır tamamlanmaz piège, gaz evreli bir kromotografi kolonuna doğru, yerini daha sonra taşıyıcı gazın aldığı uçucu bileşenlerini desorber etmek için ısıtılır. Kromotografi kolonundaki aktarma hat içinde ya da hat dışında yapılan bir montajda oluşabilir. İnce uzun bir enjeksiyon bandı elde etmek için, piégeage, adsorbant maddeyle kaplı bir piège içinde olduğu zaman ya da analitik sistemin hassaslığı izin verirse, aktarma yaklaşık 20:1 değerindeki bir oranla ayarlanmış bir ayırıştırıcı aracılığıyla devreye girdiğinde kolon kısmının ısıtılması sisteminin kullanılması tavsiye edilir.

Bileşenler gaz kromotografiyle, ısının programlanmasıyla ve kütle spektrometre yardımıyla bulunanlarla sonunda ayrılırlar. Veriler, standartlarla karşılaştırmaya olanak sağlamak için toptan süpürme şeklinde ya da yeterli sayıdaki belirli parçalar üzerinde bir araya getirilmelidir. Miktar tayini, her analit için seçilen özellik belirleyici parçalar yardımı ile gerçekleştirilir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler PTFE kaplı silikon su geçirmez contalı vidalanmış tıpalı kaplara alınır.
- Otomatik numune alıcılarla gaz tahliyesi ve piégeage sistemleri için, otomatik numune alıcının fabrikası tarafından tavsiye edilen numune kapları kullanılır.
- Numuneler serbest klor ya da başka güçlü bir oksidant içeriyorsa sodyum tiyosülfat ilave edilir.
- Numunelerin muhafaza edilmesi için sodyum bisülfat yardımı ile pH derecesi 2'ye düşürülür.

b- Kalibrasyon ve Doğrulama

- Ölçüm yöntemi: işaretli standartları ya da aynı kimya ailesinden olan fakat analiz edilmiş numunelerde taranmaya uygun olmayan maddeleri içeren iç standart sıvı ilave edilmesiyle 0.001 mg/L – 0.005 mg/L aralığında
- Aseton, metanol, dimetilsülfoksit ya da dimetilformamitteki ana solüsyonlar
- Maddeler: Aşağıdakileri içeren 48 bileşen: Benzen, toluen, o-xylen, m-xylen, p-xylen, etilbenzen
- Aşağıdaki bileşenler arasından seçilecek standartlar: Benzen-d₆, toluen-d₈, 1,4-diklorobutan

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Ölçüm alanı aşağıdaki solventlerden birinin, suda çözülebilenler, içerisindeki 1g/L ana solüsyondan başlanarak hazırlanır: Aseton, metanol, dimetilformamit

d- Analiz

- Kör çözelti, reaktifler ve kalibrasyon çözeltileri 10 mL'lik şişelerde olmalı ve her on numunede bir kalibrasyon çözeltilerinden biri kontrol amaçlı okutulmalıdır.

e- Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

İç veya dış standart yöntemine dayanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulduktan sonra kantifikasyon yapılır.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.2.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> 1 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, benzenin, toluenin, etilbenzenin, xylene izomerlerin, naftalenin belirlenmesine ve halojen solventlere uygulanabilir.	<u>Referans standardı</u> ISO 15680 Head-space ile mümkün diğer yöntemler: - ISO 11423-1 - ISO 10301
<u>Muhafaza</u> Sıkıştırma kapaklı küçük numune alma şişesi ya da PTFE kaplı su geçirmez kapaklı 250 mL'lik kahverengi cam şişe. - Sodyum tiosülfat ilavesi Yaklaşık 2 değerinde bir pH'a vardırılmak için sodyum bisülfat ilave edilmesi	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 1 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda 5 güne kadar saklanır - Reaktif açıklık ön görülür
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 1 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: PTFE kaplı silikon su geçirmez contalı vidalanmış tıpalı numune kapları, pipetler, emici kolonlar

- Gaz tahliyesi ve kolon gereçleri
- Dedektörlü gaz kromatografi: Alev iyonizasyonlu dedektör, fotoiyonizasyonlu dedektör, elektron yakalayan dedektör ya da kütle spektrometri
- İnce kapiller kolonlar: Örneğin DB624, uzunluk: 60 metre, çap: 0,32 mm, film kalınlığı: 1.8 µm

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hidrojen, hava
- Kalibrasyon için kullanılan standart maddeler
- İç standartlar
- Standartların hazırlanmasında kullanılan çözücü solventler: Dimetilsülfoksit ya da dimetilformamit veya aseton ya da metanol

5. Uygulama

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- saha kontrolü
- reaktiflerin kontrolü
- en alt miktar tayin sınırında cihazın doğru çalışabildiğinden emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon serisinden ayrı içeriği bilinen bir solüsyon ile okumalar kontrol edilir.
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin denetlenmesi: Stabilite, korelasyon katsayısı

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Standarda göre ayırım

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.2.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 €

3.3. BENZEN

Benzen ve bazı türevlerinin tayini (ISO 11423-1: Üst gaz fazı kullanılarak gaz kromatografik metod)

3.3.1. Amaç

Benzenik türevlere ait çok sayıda organik madde yerüstü ve yeraltı sularında saptanmıştır.

Yeraltı sularında benzen ya da türevlerinin neden olduğu kontaminasyonların birçoğu boru hatlarındaki kaçaqlara, solvent ya da stok tanklarındaki sızmalara, dağılmalara, aktarmanın neden olduğu geçişlere ya da sanayi atıklarının stoklanması gibi olaylara bağlıdır. Sanayi ve evsel atıklar aynı zamanda kontaminasyon kaynağı oluşturmaktadır. Genellikle, zayıf konsantrasyonlu BTEX ler, metilterbütiler (MTBE) gibi yüksek konsantrasyonlu diğer kontaminasyonlarla birlikte bulunurlar.

Bu araştırma, insani kullanım amaçlı sularda ya da insani kullanım için üretilecek sulara yönelik sularda bu bileşimlerin yokluğunu denetlemeyi amaçlamaktadır.

Benzen, kimya sanayide çok fazla kullanılan bir solvent çeşididir ve ilaçların, plastiklerin, sentetik kauçukların ya da boyaların kimyasal sentezleri için önemli olan bir tetikleyicidir.

Benzen, ham petrolden oluşan doğal bir maddedir, ancak petrolde var olan diğer organik bileşenlerden başlanarak sentez edilir.

3.3.2. Kapsam

Halk Sağlığı planı üzerinde, benzen kanserojen bir maddedir, BTEX lerin en zehirlisidir. İnsani kullanım amaçlı sulardaki benzen oranı 1 µg/L değerini aşmamalıdır.

Toluen, etilbenzen ve ksilen izomerler daha az zehirlidirler. Karsinojen özelliklerine dair hiç bir kanıt ortaya çıkmamıştır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sulardaki kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.3.3. Standartlar

Benzen ve bazı türevlerinin tayini (ISO 11423-1: Üst gaz fazı kullanılarak gaz kromatografik metod)

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap bağlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve diğer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.3.4. Prensiptir

Filtre edilmemiş su örneğinin belirlenen bir miktarı gaz geçirmeyen aksam ile kapatılmış vialde ısıtılarak gaz ve sıvı fazlar arasında denge sağlandıktan sonra gaz halinin bir bölümü gaz evreli bir kromatografa geçirilir. Benzen ve türevlerinin ayrılması farklı polaritede durgun fazları olan iki kapiler kolona enjeksiyon (aynı anda iki kolona, aynı numuneden enjeksiyon) ve uygun dedektör yardımıyla belirlenirler. Bir kütle spektrometrenin kullanılması bu yöntem için alternatiftir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler hem PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 250 mL'lik kahverengi küçük konik şişelere hem de PTFE septumlu oturtulmuş kapak sistemli 10 mL'lik küçük şişelere (vial) alınır.
- Bir miktar Potasyum karbonat eklenmesi su/gaz kısmı paylaşımını iyileştirmek için tavsiye edilir.

b- Kalibrasyon ve Doğrulama

- Kalibrasyon yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- Aseton, metanol ya da dimetilformamitteki ana stok çözeltiler

- Maddeler: Benzen, toluen, o-xilen, m-xilen, p-xilen, etilbenzen

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması: 1 g/L'lik ana stok çözelti kullanılarak aseton, metanol veya dimetilformamit solvanlarından birisi kullanılarak hazırlanmalı.

d- Analiz

- Numune alımı ya direk 250 mL'lik şişeye ya da 10 mL'lik şişelere (vial) alınır yapılr. Cihaza verilirken 10 mL'lik vialler kullanılır.
- On numunede bir kontrol noktası okutulur.

e- Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörlerde olduğu gibi klasik tarayıcılardaki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Nicelendirme iç ya da dış modunda yapılan ölçüm eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L deęerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.3.5. Yöntemin İşleyişi

o. Deęişiklikler

Deęişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu metod benzen, toluen, etil benzen ve ksilenlerin su ve atık su numunelerinde 2 µg/L'den daha büyük derişimlerinin tayinine ait bir metodu kapsar.	<u>Referans standartı</u> - ISO 11423-1 - Dięer yöntem: Purge and trap ISO 15680
<u>Muhafaza</u> Sıkıştırma kapak sitemli küçük numune alma şişesi ya da PTFE kaplı su geçirmez kapaklı 250 mL'lik kahverengi cam konik şişe. - Postasyum karbonat ilavesi (7 -8 g)	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 2 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda - Açık hava numune alımı

Muhafaza sıcaklığı	
Nakil süresi boyunca: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır	
Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}$ soğuk oda	
Ölçüm sınırı	Sonuçların ifade edilmesi
2 $\mu\text{g/L}$	$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: 250 mL konik şişeler, manyetik karıştırıcı, pipetler, 10 mL sıkıştırma kapaklı numune alma şişeleri:

- Termostat mekanizmalı otomatik headspace dozaj sistemi ya da gaz geçirmez ısıtılabilir 2.5 mL ya da 5 mL toplam kapasiteli enjeksiyon şırınga
- Dedektörlü gaz kromatografi: Alev iyonizasyonlu dedektörü, fotoiyonizasyon dedektörlü ya da kütle spektrometri
- İnce kapiller kolonlar: Örneğin DB5, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 μm ila 1 μm
- 50 μl ve 100 μl enjeksiyon şırıngaları

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hava
- Kalibrasyon standart maddeleri
- Standartların hazırlanmasında kullanılan solventler: Dimetilformamit, aseton ya da metanol

5. Uygulama

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

7. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.3.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 €

3.4. YÜKSEK DERECEDE UÇUCU HALOJENLİ HİDROKARBONLARIN TAYİNİ

(Gaz kromatografisi metodu ISO 10301 / TS 9266: Headspace Gaz Kromatografisi Metodu)

3.4.1. Amaç

Yüzey ve yer altı sularında birçok halojenli uçucu hidrokarbon türü organik bileşik bulunmuştur. Su kaynaklarının bazılarında bulunan halojenlihidrokarbonlar sanayi alanında kullanılmakta,kimileri ise evsel atıklardan kaynaklanmakta ya da suların klorlanması sırasında ortaya çıkabilmektedirler..

Bu maddeler insanların çevredeki farklı aktivitelerine bağlı olarak ortaya çıkarlar.(atık sular, deşarjlar,, su depolarındaki kaçaklar, hava yolu gibi...) Bu analiz, insani tüketim amaçlı sularda ya da bu suların üretilmesi amacıyla kullanılacak sularda halojenliuçucu bileşiklerin olmadığından emin olunması amacıyla yapılır.

3.4.2. Kapsam

Bu bileşenlerden bazıları, muhtemel kanserojen maddeler olarak sınıflandırılırlar: Bromodiklorometan, karbon tetraklorür, kloroform, 1,2-dikloroetan, 1,3- dikloropropen, diklorometan ve tetrakloroetilen. Bunlar, sürekli oluşan bazı maddelerdir.

Avrupa yasalarınca, içme sularında; trihametanlar (kloroform + bromoform + dibromoklorometan + bromodiklorometan = 100 µg/L), 1,2- dikloroetan (3 µg/L) ve tetrakloroetilen ve trikloroetilen (10 µg/L) olarak belirlenmiştir.

Bu bileşenler için yapılan araştırma, sularda bulunabilecek zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kirlerin kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.4.3. Standartlar

Yüksek derecede uçucu halojenli hidrokarbonların tayini

(ISO 10301: gaz kromatografi yöntemi)

3.4.4. Prensiptir

- Birinci yöntem: Sıvı / sıvı ekstraksiyon ve gaz evreli kromatografi ile analizi

Yüksek derecede halojene edilmiş uçucu hidrokarbonlar organik bir çözücüde çözülür. Daha sonra solüsyon, elektron yakalayan bir dedektör ya da uygun başka bir dedektör yardımı ile gaz kromatografi ile analiz edilir.

- İkinci yöntem: headspaceli gaz kromatografi yöntemi

Numuneler, alınan numunenin miktarı / hava miktarı bilgisi verilmiş mühürlü şişelere alınır. Şişe ısıları, belirlenen denge koşullarında kalması için termostatlı bir sistem içerisinde 50°C ve 80 °C arasında muhafaza edilmelidir.

Numune alma şişelerinde suyla dengeli bulunan gaz kromatografisiyle yapılan analiz, elektron yakalayan bir dedektör ya da uygun başka bir dedektör kullanılarak gerçekleştirilir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Sıvı- sıvı ekstraksiyon yöntemi

- Herhangi bir hava boşluğu bırakmadan, politetrafluoroetilen (PTFE) septum donatımlı cam şişeler doldurulmalıdır.
- Oksidan ajan bulunması halinde fazladan bir sodyum tiosulfat ilave edilir

Headspace yöntemi

- Numunler PTFE septumlu sıkıştırma kapak sistemli 15 mL cam şişelere alınır. Doldurma seviyesi işaretlenmelidir ve tüm şişeler için aynı olmalıdır. Tavsiye edilen en düşük miktar 10 mL dir.

- Her nokta için iki numune alınır.
- Oksidan ajan bulunması halinde fazladan bir sodyum tiosulfat ilave edilir

- Erimiş karbon dioksitli zengin gaz suları olması halinde, sodyum karbonat ilave edilir.

b- Kalibrasyon ve doğrulama

Aşağıda verilen bilgiler genel ölçüm aralığını yansıtmaktadır. Dolayısıyla her iki yöntem arasında tayin sınırı açısından bir seçim yapılırken daha detaylı bilgi için TS 9266 / ISO 10301'e bakılmalıdır.

Sıvı- sıvı ekstraksiyonu yöntemi

- Ölçüm yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- aseton, pentan ya da heksandaki 0.5 g/L değerindeki stok çözeltiler

Headspace yöntemi

- Ölçüm yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- Aseton, metanol ya da dimetilformamitteki stok çözeltiler
- Referans maddeleri: Diklorometan, kloroform, karbon tetraklorür, dikloro-1,1 etan, dikloro-1,2 etan, trikloro-1,1,1 etan, trikloro-1,1,2 etan, dikloro-1,1 etilen, cis-dikloro-1,2 etilen, trans-dikloro-1,2 etilen, trikloroetilen, tetrakloroetilen, dikloro-1,2 propan, dikloro-1,3 propan, cis+trans-dikloro-1,3 propilen, dibromometan, tribromometan, dibromo-1,2 etan, bromoklorometan, bromodiklorometan, dibromoklorometan, trifluoro-1,1,3 etan.

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı aşağıdaki solventlerden birinin içerisindeki yaklaşık 1g/L stok çözeltiden başlanarak hazırlanır: Headspace yöntemi için aseton, metanol ya da dimetilformamit, sıvı- sıvı ekstraksiyon yöntemi için pentan, heksan ya da aseton.

d- Analiz

- Analitik seri oluşturulurken headspace yöntemi kullanılacaksa 10 mL'lik numune alım şişeleri numune alımından sonra doğrudan alanda kapatılır ya da sıvı – sıvı ekstraksiyon metodu uygulanacaksa numuneler ekstraksiyonda kullanılacak organik solvanın içerisine ilave edilir.
- Her bir on numuneden sonra hazırlanan kalibrasyon çözeltilerinden birisi (kontrol noktası) okutulur.

e- Bileşenleri tanımlama

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektördeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle de doğrulanır.
- Bileşenler, kütle spektrometri ile tarama yapılması halinde alıkonma zamanı ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

İç veya dış standart yöntemine dayanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulduktan sonra kantifikasyon yapılır.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.4.5 Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım (analiz sırasında yapılan ölçümlere yönelik notlar silinmeyen kalemle ve el yazısı ile yapılır. Değişiklik üzerine çizgi çizilip doğrusu yazılır bunun kimin tarafından ve hangi tarihte yapıldığı da yazılmalıdır)

1. Yöntem

Uygulama alanı 0,1– 100 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tamamı. Yöntem, halojenli hidrokarbonların belirlenmesinde uygulanabilir. İç bir standardın kullanılması tavsiye edilir	Referans standartı - ISO 10301 Diğer yöntemler: - ISO 15680 (Tasfiye ve ayırma) - ISO 11423-1 (hareketsiz headspace)
Muhafaza - PTFE kaplı su geçirmez tıpalı oturtulmuş kapak sistemli küçük numune alma şişesi ya da oturtulmuş cam tıpalı cam şişeler - Headspace yöntemi için karbon dioksit varlığı halinde potasyum karbonat ilavesi - Kalıntı oksidan varlığı halinde sodyum tiosülfat ilavesi - Headspace yöntemi için her analiz için 2 numune alınır.	Analizden önceki saklama süresi - 5°C±3°C de 2 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda - Açık hava numune alımı ön görülür - Kör çalışması yapılmalıdır
Muhafaza sıcaklığı Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırda laboratuvarında analiz edilinceye kadar : 5°C ± 3° soğuk oda	
Ölçüm sınırı Elektron yakalayıcı dedektör ile bulunan bileşenlere göre 0.1 µg/L' den 100 µg/L' ye.	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar seçmeli bir ayırma işlemi amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: Manyetik karıştırıcı, pipetler, tutma maşası, sıkıştırma kapaklı 10 mL numune alma şişeleri ya da oturtulmuş tıpalı numune alma şişeleri:

- Termostat mekanizmalı otomatik headspace dozaj sistemi ya da gaz geçirmez ısıtılabilir 2.5 mL ya da 5 mL saymalı kapasiteli enjeksiyon şırınga
- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı dedektör ya da kütle spektrometresi
- İnce boru kolonları: Örneğin DB5, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm ila 1 µm
- 50 µl ve 100 µl enjeksiyon şırıngaları

Reaktifler

- Saf su (Halojenli solventleri içermediğinden emin olunmalıdır)
- Gaz: Azot, helyum
- Standart maddeler
- Kalibrasyon standartların hazırlanmasında kullanılan solventler: Dimetilformamit ya da aseton ya da metanol

5. Uygulama

Sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi:

Ekstraksiyon solventi sıkıştırma kapaklı ya da rodajlı cam şişenin içerisindeki numuneye konabilir.

Cihaz şartları uygun hale getirilir.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

Headspace yöntemi:

Cihaz şartları sağlanır.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kontaminasyon mevcudiyetinden emin olunan bir ortamda numune alımı yapılırken, alanda ikinci bir numune daha alınarak kör analizler yapılır böylelikle daha sonra suda saptanabilecek kirleticilerin çevresel koşullardan değil suyun kendisinden kaynaklandığından emin olunmalıdır.
- Şişelerin ve laboratuvar ortamının kontamine olmadığından emin olunmalıdır.
- Ekstraksiyonda kullanılan solventlerin kontamine olmadığından emin olunmalıdır.
- En alt miktar tayin sınırında cihazın doğru çalışabildiğinden emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon serisinden ayrı içeriği bilinen bir solüsyon ile okumalar kontrol edilir.
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin denetlenmesi: Stabilite, korelasyon katsayısı

Çıkış zamanlarına göre bileşenler saptanır ve farklı özellikteki ikinci bir kolon üzerinde enjeksiyon yapılarak elektron yakalayıcı dedektör aracılığıyla bileşenlerin çıkış zamanları tekrardan kolon üzerinde teyit edilir.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturularak kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.4.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 € ya

3.5. HİDROKARBON TAYİNİ

Hidrokarbonların belirlenmesi (ISO 9377-2: Hidrokarbonların tayini - Bölüm 2: Solventli ayırışım yöntemi ve gaz evreli kromotografi yöntemi)

3.5.1. Amaç

Hidrokarbonların tayini ile, kromotografik alıkonma zamanına göre C10-C40 aralığında düz zincirli ya da dallara ayrılmış alkanlar belirlenmektedir. Bu yöntemle, yeraltı suları, yerüstü suları ve dağıtım sularına bulaşmış olan petroler belirlenmektedir. Hidrokarbonların neden olduğu su kirliliği çeşitli kaynaklara bağlıdır: Depolama, yük taşıma tanklarındaki sızıntılar, yeraltı ve yerüstü suları kirlenmelerinin birçoğu, boru hatlarındaki sızmalar, hidrokarbon ya da yakıt maddeleri depolama tanklarından, sanayi atıklarının depolanmasından ya da boşaltılmasından kaynaklanmaktadır. Sanayi ve evsel atıklar da kirlilik kaynağı oluşturmaktadır.

3.5.2. Kapsam

Bu bileşenler için yapılan araştırmalar, zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçların neden olduğu kirliliklerin sulardaki kaynağını belirlemeyi ve bu bileşenleri yok etmeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

98 /83/CE numaralı yönergede bu parametre ile ilgili bir değer bulunmamaktadır.

3.5.3. Standartlar

Hidrokarbonların belirlenmesi (ISO 9377-2: Hidrokarbon tayini - Bölüm 2: Solventli ayırışım yöntemi ve gaz evreli kromotografi yöntemi)

3.5.4. Prensiptir

Su numunesinde bulunan hidrokarbonlar hekzan, pentan ya da kaynama noktası 36 °C ve 69 °C arasında olan hidrokarbon karışımı ile ayrıştırılır. Ayrımı sağlayan maddeler florisil üzerinde arıtımla ayrıştırılır. Hidrokarbonlar, alev iyonlaştırıcı dedektör bulunduran gaz kromotografi cihazının kolon kısmına enjekte edilir. Nicelendirme, n-dekan ve n-tetrakontan arasındaki yüksekliklerinin toplam yüzölçümünün hesaplanmasıyla ve özellikle iki yağ mineralini içeren iç standartlı katkıyla gerçekleştirilir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik şişelere ya da rodajlı 1L'lik kahverengi cam şişelere alınır. Numune hidroklorik asitle pH 2'nin altında oluncaya kadar asitlendirilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C-3°C arasındaki sıcaklıklarda soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır. Muhafaza süresi en fazla dört gündür.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon: 0.2 mg/mL – 1.0 mg/mL
- Ekstraksiyon için kullanılan solventteki ana stok çözelti (hekzan, pentan ya da kaynama noktası 36 °C ve 69 °C'e arasında olan hidrokarbon karışımı)
- Ekstraksiyon solventi: C10 ve C40 n-alkanları içeren solventler
- Standart maddeler: Standartta belirtilmiş olan iki çeşit mineral yağının karışımı (dizel yakıt + yağlacı yağ)
- n-alkan standart karışımı: C10 - C40 arasında olan n-alkanlar

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri ana stok çözeltilerden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Asitleme ile numunenin ön işleme, magnezyum sülfat ilave ve numune alım şişesindeki solventle ekstraksiyon işlemi yapılır.
- Solventin geri alınması yapılır.
- Ekstre edilmiş maddenin arıtılması ve arıtımı yapılan ekstre edilmiş maddenin konsantre edilir.
- Alev iyonlaştırıcı dedektör içeren gaz kromatografisi ile tayin yapılır.
- Analitik seri hazırlanır: Standartlar, kör analizler, kontrol noktaları, numuneler

Bileşenlerin tanımlanması

- C10 ve C40 arasında bulunan n-alkanlar belirlenen analitik koşullarda kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

3.5.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, içme sularına, yer altı sularına ve hidrokarbon değeri 0.1 mg/L olan yüzey sularının tayininde kullanılır. Yöntem, karbon sayısı n-C10-C40 arasında olan hidrokarbonların belirlenmesine kullanılır. Mineral yağlarda hidrokarbonların belirlenmesinde kullanılmaz.	Referans standardı - ISO 9377-2
Muhafaza - PTFE'den yapılmış su geçirmez tıpalı ya da rodajlı 1 litrelik kahverengi cam numune şişelerine alınır.	Muhafaza süresi - Hidroklorik asit ilave edildikten 5°C±3°C'de 1 gün veya en fazla 4 gün karardır. - Kör analiz ile izleme yapılır. - Şişelerden bir bulaşma olup olmadığı izlenmelidir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırla taşınır. Laboratuvara getirildikten analize kadar 5°C ± 3° soğuk odada muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı 0.1 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/ L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Prensipten (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Dönerek çalışan buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemleri , yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, aktarma için ampuller ,arıtma kolonları, su geçirmez tıpalı PTFE kaplı numune şişeleri ya da rodaj kapaklı numune şişeleri:

- Alev iyonlaşmalı dedektör bulunduran gaz kromatografi cihazı
- İnce kolon: Uzunluk: 15 - 30 m, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.1 ile 0.25 µm
- C20/C40 arasında alınan sinyallerin ayrılmasını engelleyen enjektör.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Gaz: Helyum, hidrojen, hava

- Standart maddeler
- Ayrışım solventleri: Hekzan, pentan, petrol eteri
- Ayrışımın verimini kontrol etme amaçlı su ile karışabilen solventler: aseton
- Aritma için ayrıştırıcılar: Florosil, stearil ,stearat

5 Uygulama

PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik şişelerde ya da kapağı rodajlı 1L'lik kahverengi cam şişelerde bulunan ayrışım solventi ile (hekzan, pentan, petrol eteri) ayrıştırma işlemi gerçekleştirilir.

Florosil bir kolon üzerinden ayrışım çözeltilerin uzaklaştırılması sağlanır.

Ayrışan maddeler 1 mL' ye kadar konsantre edilir.

Kromotografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığı: kalibrasyon çözeltileri, analiz edilecek numuneler, 10 numuneden sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için kalibrasyon eğrisi çizilir ve nicelendirme yapılır.

6 Kontrol

- Kör analiz yapılır.
- Ekstraksiyon geri kazanım kontrolü yapılır.
- Florosilin etkinliği denetlenir.
- Çalışma aralığı belirlenir.
- Kontaminasyon mevcudiyetinden emin olunan bir ortamda numune alımı yapılırken, alanda ikinci bir numune daha alınarak kör analizler yapılır böylelikle daha sonra suda saptanabilecek kirleticilerin çevresel koşullardan değil suyun kendisinden kaynaklandığından emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon eğrisi kontrol edilmelidir : Stabilite, korelasyon katsayısı
- Numune alımından önce kullanılacak şişelerin temizliklerinin denetlenmesi yapılır.

Yukardaki kriterlere uyulması halinde karbon sayısı n-C10/n-C40 olan bileşen var sayılır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

3.5.6. Analiz Maliyeti

50 € ile 100 € arasında

3.6. ORGANOKLORLU PESTİSİTLER

(ISO 6468: Sıvı – sıvı ekstraksiyon işleminden sonra gaz kromatografi metodu)

3.6.1. Amaç

Organoklorlu pestisitler zararlı ot ve haşere ilaçlarından, zirai atıklar veya zirai atıkların boşaltılması nedeniyle sularda tespit edilebilirler. Bu aktif maddeler toksisiteleleriyle sebebiyle yasaklanmadan önce zararlı haşerelerle mücadele için onlarca yıl yaygın şekilde kullanılmışlardır. Zararlı ot ve haşere ilaç gruplarının bazıları biyo-akümülatifler ve çevre sağlığı için oldukça stabilize dirler, çok az miktarda suda eriyebilir özelliktedirler, zehirli ve bazıları kanserojen niteliğe sahiptirler ve insani kullanım amaçlı suyun kalitesinin denetimini gerekli kılar.

3.6.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesinde bu maddeler, biyo akümülatif ve kalıcıdır. Bu maddelerin toksisite özelliklerinden dolayı Avrupa Birliği insani tüketim amaçlı sular için kabul edilebilir maksimum konsantrasyon değerlerini belirlemiştir. Bu değerler; aldrin, dieldrin, heptaklor ve epoksit heptaklor bileşenleri ihtivasi için maksimum kabul edilebilir miktar olarak 0.03 µg/L'dir.

Bu maddelerin araştırılması sularda bulunan olası kontaminasyon kaynaklarını tespit ederek önleyici ve koruyucu bir takım tedbirlerin alınmasını sağlamaktır.

3.6.3. Standartlar

(ISO 6468: Sıvı – sıvı ekstraksiyon işleminden sonra gaz kromatografi metodu)

3.6.4. Prensi

Bir miktar su (1 litre), su ile karışmayan ekstraksiyon solventiyle (heksan, petrol eteri ya da heptan) bir ayırma hunisi içine aktararak etkileşime bırakılır. Suda var olan muhtemel pestisitler organik faza taşınır.

Organik faz ayrılır, sonra buharlaştırılarak temizlenir, iç içe geçmiş maddeleri elemek için elektron yakalayan dedektörlü gaz kromatografi yardımıyla analiz yapılır.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler PTFE tıpalı su geçirmez kahverengi cam şişelerle alınır.

Organohalojen az uçucu maddeler organik bir solvent içine transfer edildiğinde epeyce stabilize edilirler.

Kurutulan solvent ayırışmların 4 °C +/- 3°C derecede soğutulmuş kapalı bir bölümde, muhafaza edilmesi uygun görülmüştür.

Kalibrasyon ve Doğrulama

- Kalibrasyon çözelti aralığı: 5 µg/L – 200 µg/L aralığında
- Ana stok çözelti hazırlama solventleri: Aseton, pentan, heksan ya da izooktan
- Maddeler: HCH izomerler, DDT izomerler, DDE izomerler, aldrin, dialdrin, endrin, heptaklor, epoksit heptaklor, endosülfan, klorobenzen ve PCB

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Stok çözeltilerden asetonla seyreltilerek en az beş ara standart çözelti hazırlanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulur.

Analiz

- Numunenin, ayırma hunisindeki ekstraksiyon solventi ile ekstraksiyonunun yapılması
- Ekstarkte edilmiş maddelerin toplanması
- Döner buharlaştırıcı (evaporatör) yardımı ile ekstraktın konsantre edilmesi, saflaştırılması
- Gaz kromatografi analizi
- Ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizde doğrulanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir

3.6.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı 10 ng/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, organoklore haşere ilaçları, poliklorobifenillerin ve klorobenzenlerin belirlenmesine uygulanabilir.	Referans standardı - ISO 6468
Muhafaza - Sıkıştırma kapaklı cam ya da PTFE vida tıpalı kaplamalı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Sodyum tiosülfat ilavesi	Analizden önceki saklama süresi - 5°C±3°C de 2 gün - Numunenin alımından sonra 48 saat içerisinde - Alıntıları 5°C±3°C'de saklamak - Kör çalışması
Muhafaza sıcaklığı Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
Ölçüm sınırı Bileşenlere göre 5 ila 10 ng/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/Lya da ng/L

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, ayırma hunisi, arıtma kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma kapaklı numune şişeleri

- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı dedektörlü ya da kütle spektrometrelisi
- Kapiller kolonlar: , DB5, DB-1, DB 1701, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventler: Hekzan ya da petrol eteri ya da heptan
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı: Aseton, metanol, dimetilformamit ile hazırlanan çözeltiler suyla karıştırılabilir (geri kazanım)
- Koruyucu madde: Dekan ya da dodekan
- Temizleme reaktifleri: Gümüş alümin/nitrat, silikajel

5. Uygulama

Sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi:

Ekstraksiyon işlemi numune ile birlikte ekstraksiyon solventinin ayırma hunisine ya da hassas kesimli tıpalı cam şişeye aktarılması ile yapılır.

Buharlaştırılır. Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- kör kontrolü
- ekstraksiyon verimi kontrolü
- alt ölçüm sınırının kontrolü
- standartlardan farklı bir çözelti ile okumalarının kontrolü
- kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: stabilite ve koralasyon kat sayısı

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisi yardımıyla yapılır.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan deęişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doęrulama
	Yok	

3.6.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.7. ORGANOFOSFORLU PESTİSİTLER

EN 12918: Diklormetan ekstraksiyonu ve gaz kromatografik analiz ile sudaki paratyon, paratyon-metil ve dięer bazı organofosforlu bileşiklerin tayini

ISO 10695 : Gaz Kromatografi yöntemi

3.7.1. Amaç

Kullanılan aktif maddelerin geniş bir kapsamda olması ve önemli kuantatiflerden dolayı çevreye yayılması, bunun özellikle insani kullanım amaçlı sularda ve kullanım sularının üretimi amaçlı sularda ortaya çıkması nedeniyle bu konuda yasal bir anlaşma yapılması gerekmektedir. Kullanılan miktarları ve tarım arazileri üzerindeki atılma biçimleri, fiziki-kimyasal özellikleri nedeniyle, yerüstü ve yeraltı sularında bu maddelerin ortaya çıkmasına olanak sağlamaktadır. Organoazotlu ve organofosforlu bileşenlerin insani kullanım amaçlı sularda ya da insani kullanım amaçlı su üretme amaçlı sularda var olup olmadığını denetlemeyi hedeflemektedir.

3.7.2. Kapsam

Halk Sağlığı koruma planı çerçevesinde, bu bileşenlerin kullanma sularında bulunmaması beklenir. İnsani kullanım amaçlı sularda bulunan her madde nitelięi 0.1 µg/L deęerini aşmamalıdır, Zararlı ot ve haşere ilaçları ya da analiz edilebilir metabolitlerin toplamı ise 0.5 µg/L deęerini aşmamalıdır.

3.7.3. Standartlar

EN 12918: Diklormetan ekstraksiyonu ve gaz kromatografik analiz ile sudaki paratyon, paratyon-metil ve dięer bazı organofosforlu bileşiklerin tayini

ISO 10695 : Gaz Kromatografi yöntemi

3.7.4. Prensip

ISO 10695 Sıvı- katı ekstraksiyon ve ISO 12918 sıvı - sıvı ekstraksiyon

ISO 12918 Sıvı - sıvı ekstraksiyon

Bir miktar su (1 litre), su ile karışmayan ekstraksiyon solventiyle (heksan, petrol eteri ya da heptan) bir ayırma hunisi içine aktararak etkileşime bırakılır. Suda var olan muhtemel pestisitler organik faza taşınır.

Organik faz ayrılır, sonra buharlaştırıldıktan uygun solvente alınır. Alev fotometrilik dedektör veya fosfor özellikli termiyonik dedektörlü ya da atomik emisyon veya kütle spektrometrelilik gaz kromatografik cihazı ile analiz edilir.

ISO 10695 Sıvı- katı ekstraksiyon

Bir miktar su (0.5 litre) C18 SPE kolon üzerine ayrıştırılır. Suda var olan pestisitler adsorbent evreye alınır.

Pestisitler bir solvent (etil asetat) yardımıyla ayrıştırılır. Bu solvent buharlaştırılır . Uygun başka bir solvente alındıktan sonra alev fotometrilik dedektör veya fosfor özellikli termiyonik dedektörlü ya da atomik emisyon veya kütle spektrometrelilik gaz kromatografik cihazı ile analiz edilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam şişelerle alınır. Kararlılık denemeleri aksini göstermiyorsa, numuneler bir gün içerisinde ekstrakte edilmelidir. Çünkü, bazı organofosforlu bileşikler sulu ortamda hızlıca parçalanabilir.

Numuneler taşıma esnasında karanlıkta muhafaza edilmeli ve bulaşmadan sakındırılmalıdır. Depolamanın gerekli olduğu durumlarda numune 5 °C +/- 3°C'da muhafaza edilmelidir.

pH 3.5- 4.5 aralığında ayarlanır bu aralıkta tutmak için numune almadan hemen sonra hidroklorik asit veya sodyumhidroksit ilave edilir.

Kalibrasyon ve Doğrulama

- Kalibrasyon çözelti aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- Yaklaşık 0.5 g/L değerinde olan asetondaki ana stok çözeltiler
- Yaklaşık 100 mg/L değerinde olan asetondaki standart ara çözeltiler
- Maddeler: Etil paratyon, metil paratyon, diazinon, diklorvos, ...

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Stok çözeltilerden asetonla seyreltilerek en az beş ara standart çözelti hazırlanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulur.

Analiz

- Numunenin ayırma hunisinde diklorometan yardımıyla ekstraksiyonunun yapılması
- Ekstrakte edilmiş maddelerin toplanması
- Evaporatör yardımı ile ekstraktın konsantre edilmesi, saflaştırılması
- Gaz kromatografik analizi

- Analitik ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.7.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> 0.01 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, organofosforlu pestisitlerin ve triazinlerin belirlenmesine uygulanabilir.	<u>Referans standardı</u> - EN 12918 - ISO 10695
<u>Muhafaza</u> - Sıkıştırma kapaklı cam ya da PTFE kaplı vida kapaklı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Bakiye klorun bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 5°C±3°C de 1 gün - Kör çalışması yapılmalı
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° C soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.010 µg/L ya da 10 ng/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L ya da ng/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLELER:	Standartlar, solventlerle standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar (evaporatörler) ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, aktarıma için ayırma hunileri, arıtma kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune şişeleri :

- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı ya da kütle spektrometre
- Kapiller kolonlar: DB-1, DB 1701 uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hava, hidrojen
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventleri: Diklorometan ya da etil asetat
- SPE kolon; C18 aşılınmış 0.5 – 1 g silisli
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı aseton, metanol ya da dimetilformamit ile hazırlanan solventler suyla karıştırılabilir (geri kazanım)
- Koruyucu madde: izooktan
- Temizleme reaktifleri

5. Uygulama

Sıvı sıvı ekstraksiyonda numuneye birlikte ekstraksiyon solventinin ayırma hunisine aktarılması ile yapılır. Sıvı katı ekstraksiyonda ise numune C18 katı adsorbent evreden geçirilmesiyle yapılır.

Solvent buharlaştırılır

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon verimi kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Standartlardan farklı bir çözeltiyle okumaların kontrolü
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilite ve koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.7.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.8. BENTAZONLAR VE HİDROKSİBENZONİTRİLLERİ İÇEREN SEÇİLMİŞ FENOKSİALKANOİK HERBİSİTLERİN KATI FAZ ÖZÜTLEME VE TÜREVLENDİRİLMESİNDEN SONRA GAZ KROMATOĞRAFİSİ VE KÜTLE SPEKTROMETRESİ KULLANILARAK TAYİNİ

(ISO 15 913: Gaz Kromatografi Yöntemi)

3.8.1. Amaç

Bir yandan zararlı otları imhasında güncel olarak kullanılan fenoksialkanoik ilaçların düşük fiyatlı ve etkili olması nedeniyle seçilmesi, diğer yandan da bu metabolitlerin toksit maddelerinin (2,4-diklorofenol; 4-klor-2-metilfenol) suda yüksek oranda erime özelliğine sahip olması nedeniyle insani kullanım amaçlı suların ya da kullanım sularının toksitlenmeleri

ve bu ilaçların bazılarının üretimine yönelik denetimiyle görevli mercileri bu konuyu denetim programlarına almaya yöneltmiştir.

Asitli bir özelliğe sahip olan zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçlar üzerinde yapılan bu araştırma insani kullanım amaçlı sularda ya da insani kullanım için üretilecek sulara yönelik sularda, bu bileşenlerin varlığı ya da yokluğunu denetlemeyi amaçlamaktadır.

3.8.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesine göre, kullanım sularında bu tür bileşenlerin tespit edilmemesi gerekmektedir. İnsani kullanım amaçlı suların içeriğinde bu bileşenler 0.1 µg/L değerini aşmamalıdır, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçlarda ya da analiz edilebilir metabolitlerde ise bu oran toplam 0.5 µg/L değerini aşmamalıdır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sularda, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.8.3. Standartlar

Bentazonlar Ve Hidroksibenzonitrilleri İçeren Seçilmiş Fenoksialkanoik Herbisitlerin Katı Faz Özütleme Ve Türevlendirilmesinden Sonra Gaz Kromatografisi Ve Kütle Spektrometresi Kullanılarak Tayini

(ISO 15 913: Gaz Kromatografi Yöntemi)

3.8.4. Prensiptir

Maddeler asitlendirildikten sonra, adsorbe edici madde, örneğin (RP²) –C18 malzemesi) katı fazı üzerinde zenginleştirilir, çözücü ile elde edilir, diazometanla metillenir ve daha sonra kütle spektrometresi dedektörü kullanılarak gaz kromatografiyle tayin edilir. Bazı durumlarda maddeler oktanik esterler gibi kendi esterleri olarak bulunabilir.

Numune alma işlemi ve numunelerin hazırlanması

Numune alma için iyice temizlenmiş, tercihen kahverengi, tabanı düz cam balonlar kullanılır. Şişeler incelenecek su ile tamamen doldurulur. Numuneler toplandıktan sonra mümkün olan en kısa sürede işleme alınıp analiz edilir. Bekletilmesi gerekiyorsa numune üç günden daha uzun olmamak koşulu ile 5°C ± 3° C da karanlıkta muhafaza edilir.

Kalibrasyon ve Doğrulama

- Kalibrasyon çözülme aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- asetondaki ana stok çözelti metil ester ve serbest asit şeklinde yaklaşık 0.5 g/L değerindedir
- Maddeler: 2,4-D, mekoprop, diklorprop, MCPA, MCPB, 2,4,5-T, bentazon, bromoksinil, fenotrop, asit 4-(2,4-diklorofenoksi) butanoik

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı aseton içerisindeki ana stok çözeltiden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön incelemesi ve her SPE kolonun ekstraksiyon için şartlandırılması
- Analiz edilecek numunelerin SPE kolondan geçirilmesi
- Ekstraktın konsantre edilmesi, kurumaya yakın buharlaştırılması
- Diazometan ile türevlendirme
- Metilleştirilmiş esterlerin gaz kromatografi yöntemiyle analiz edilmesi
- Analitik sıralamanın gerçekleştirilmesi: standartlar, kör, kontrol noktalar ve numunelerin okutulması

Bileşenin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

3.8.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani kullanım amaçlı sularda bulunan zararlı otları imha için kullanılan fenoksialkanoik ilaçların miktarının belirlenmesinde uygulanır	Referans standardı - ISO 15913
<u>Muhafaza</u> - PTFE tıpalı su geçirmez kahverengi cam 1 litrelik küçük numune alım şişesi. - Bakiye klorun bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 5°C±3°C de en fazla 3 gün - Blank (kör) çalışması yapılmalı
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırda Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° C soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.02 µg/L 0.05 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarıda)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar (evaporatörler) ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, pipetler, SPE ayrıştırıcı kartuşlar, distilasyon cihazı, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune şişeleri

- Dedektörlü gaz kromatografi: kütle spektrometrelili
- Kapiller kolonları: , DB-1, DB 1701 uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum
- Metil ester biçiminde ve serbest asit şeklinde standart maddeler (kalibrasyon çözeltileri)
- Elue etmek için çözücüler: örneğin; aseton
- Türevlendirme reaktifleri
- Katı faz adsorplama malzemesi C18 0.5 – 1 g silisli
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı aseton ile hazırlanan solventler su ile karıştırılabilir

5. Uygulama

C18 katı evresi üzerinden asitleştirilmiş numuneyi ayrıştırma işlemi, asetonlu su geçirilerek yapılır.

Solvent nerdeyse kuruyuncaya kadar buharlaştırılır

Bu ayrışım üzerinde yer değiştirme reaksiyonu (türevlendirme) gerçekleştirilir

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- ekstraksiyon verimi kontrolü
- yer değiştirme (türevlendirme) reaksiyonu etkisinin kontrolü
- ölçüm sınırının kontrolü
- standartlardan farklı bir çözelti ile okumalarının kontrolü
- kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: stabilite ve koralasyon katsayısı
- kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü
- aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayısı: Bileşenlerin alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

7 - Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

8 – Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
----------------------------	--------------------	-----------

3.8.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.9. KATI – SIVI EKSTRAKSİYON İŞLEMİNİN UYGULANDIĞI UV DEDEKTÖRLÜ YÜKSEK PERFORMANS SIVI KROMATOĞRAFİK METOT

(ISO 11369: Katı – sıvı ekstraksiyon işleminin uygulandığı UV dedektörlü yüksek performans sıvı kromatografik metodu)

3.9.1. Amaç

Kullanılan aktif maddelerin büyük çoğunluğu ve kullanıma sunulan önemli miktarların çevrede ortaya çıkmalarına, özellikle insani kullanım amaçlı sularda ve kullanım sularının üretilmesi amaçlı sularda ortaya çıkmalarına neden olmuştur. Fiziko-kimyasal özellikleri, kullanılan miktarları ve tarım arazileri üzerine atılma biçimleri, yerüstü ve yeraltı sularında var oluşlarını gösteren olaylar bütününe meydana getirir.

Özellikle triazin, fenilüre, karbamat, kloroasetanilit, v.b. ailelerine ait bitki ve böcek öldürücüler için yapılan bu araştırma bu bileşenlerin ya da temel bozunma ürünlerinin (metabolitleri) (örneğin: DEA, DIA, ...) insani kullanım amaçlı sulara ya da kullanım sularında var olup olmadığını denetlemeyi hedeflemektedir. Katı- sıvı ekstraksiyon metodu bazı zirai mücadele ilaçlarını ve temel bozunma ürünlerinin tespit edilmesini sağlar.

3.9.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesinde, kullanım sularında bu tür bileşenlerin tespit edilmemesi gerekmektedir. İnsani kullanım amaçlı suların içeriğinde bu bileşenler 0.1 µg/L değerini aşmamalıdır, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçlarda ya da analiz edilebilir metabolitlerde ise bu oran toplam 0.5 µg/L değerini aşmamalıdır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sulara, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.9.3. Standartlar

(ISO 11369: Katı – sıvı ekstraksiyon işleminin uygulandığı UV dedektörlü yüksek performans sıvı kromatografik metodu)

3.9.4. Prensiptir

Su numunesindeki zirai mücadele ilaçları, RP – C18 maddesinde katı sıvı ekstraksiyonla ekstrakte edilir, çözücü ile elue edilerek ayrılır ve HPLC sisteminde UV dedeksiyonla kantitatif olarak tayin edilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler ya PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam şişelere ya da rodajlı kapaklı kahverengi cam şişelere alınır. Zirai mücadele ilaçları su numunesinden numune alınır alınmaz ekstrakte edilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C +/- 3°C değerlerinde soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak olarak muhafaza edilmesi uygun görülmüştür.

Kalibrasyon ve Doğrulama

- Kalibrasyon çözelti aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- metanoldeki yaklaşık 0.5 g/L değerinde olan ana stok çözelti
- Elisyon işleminde kullanılan çözeltiler (su: asetonitril; su: metanol)
- Reaktifler (triazin, fenilüre, kloroasetanilit, karbamat v.b. aileleri) Atrazin, simazin, diuron, izoproturon, klortoluron, metolaklor, ...

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı, metanol içerisindeki ana stok çözeltilerden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön hazırlığı ve SPE ekstraksiyonu
- Ekstraktın konsantre edilmesi
- Sıvı evreli kromatografi analizi
- Analitik ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları referans maddesinin tayfiyla saptanan maddelerin ultra viole tayfi aracılığıyla sağlanır.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

3.9.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Konsantrasyonu 0.02 µg/L yi aşan yer altı ve insani tüketim amaçlı sular için. Metod, triazinlerin, fenilurelerin, kloroasetaninilitlerin ve bazı metabolitlerin belirlenmesine uygulanabilir.	<u>Referans standardı</u> - ISO 11369
<u>Muhafaza</u> - PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik kahverengi camlı küçük numune alım şişesi. - Tortulu klor bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 1 gün - Blank (kör) çalışmaları yapılmalı
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.010 µg/Lya da 10 ng/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L ya da ng/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerik işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tümü, yüksek hızda manyetik karıştırıcı, propilen ya da ayrıştırma maddesi dolu cam kartuşlar, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune alma şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune alma şişeleri:

- UV tarayıcı ya da kütle spektrometrelili sıvı evrelili kromatografi
- Kromatografi kolonu: C18 oktadesil gruplarıyla aşılınmış silis, parçacık boyutu : 3-5 µm (250 mm x 4 mm)
- Enjeksiyon halkası: 10 ila 100 µL

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum: yüksek saflıkta, HPLC çözücülerinin gazının giderilmesi için
- Standart maddeler
- Elüsyon solventleri: Metanol, asetonitril
- SPE kolonlar; C18 aşılınmış 0.5 – 1 g silis
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı Aseton, metanol, dimetilformamit ile hazırlanan solventler suyla karıştırılabilir. (geri kazanım)

5. Uygulama

Su numunesi C18 kartuşundan geçirilir ve uygun solventle yapılan elüsyon işleminden sonra toplanan eluat buharlaştırılır. Kalıntı HPLC mobil fazının başlangıç bileşiminde çözülür.

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon veriminin kontrolü
- SPE ekstraksiyon kartuşunun kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Kalibrasyon aralığından farklı bir çözelti ile kontrol noktasının belirlenmesi
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilite, koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemenin temizliğinin kontrolü
- Aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayılır: Alıkonma zamanı ve UV spektrosu.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı, dış standart modu kullanılarak hazırlanmış kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ ya da ng/L değerinde ifade edilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.9.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.10. EPİKLORHİDRİNİN TAYİNİ

(EN 14207: Gaz kromatografi yöntemi)

3.10.1. Amaç

Epikloridrin, bazı su kanalizasyonlarında kullanılan epoksi reçinelerinden gelen monomerlerdir. Bu nedenle, bu tip reçineleri içeren kanalizasyon sularda epikloridrin miktarı fazladır.

3.10.2. Kapsam

Halk sağlığı planına göre epiklorhidrini risk teşkil etmektedir.

İnsani kullanım amaçlı sularda epikloridrin oranı $1 \mu\text{g/L}$ değerini aşmamalıdır.

Bu bileşenin araştırılması, suyla temas halindeki malzemelerin etkisini kontrol etmeye yardımcı olur.

3.10.3. Standartlar

Epiklorhidrinin tayini (EN 14207: Gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.10.4. Prensi

Epiklorhidrin, içme suyu numunelerinden katı bir halde çoğaltılmasıyla ayrıştırılır. Bu ayırıştırma işlemi, bir kütle spektrometrenin (MS) tarayıcı olarak kullanılmasıyla gaz evreli kromatografiyle yapılan bir analizin devamıdır. Başka bir çözelti, elektron yakalayan tarayıcı kullanmayı gerektirir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler tamamı doldurulmuş 500 mL'lik kahverengi cam şişelere alınır. Numuneler, numunelerin alınmasından sonra mümkün olan en kısa süre içerisinde işleme alınır ve analiz edilir. Nakil süresi boyunca, $5\pm 3^{\circ}\text{C}$ değerlerinde soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Klor içeren numunelerin sabitleme işlemi sodyum tiyosülfat ilave edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: 0.1 µg/L – 1 mg/L
- Ana standart çözelti: İzopropil eter içinde 500 mg/L değerindedir.
- Maddeler: Epiklorhidrin, iç standartlar ($^{13}\text{C}_3$, 2- etil kloropropionat)

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

- İzopropil eter içerisinde 500 mg/L epiklorhidrin çözeltisi hazırlanır.
- Ana standart çözeltisinden başlanarak kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön analizi yapılır ve katı halde ayırım gerçekleştirilir.
- İzopropil eterle sudan geçirme yapılır.
- Gaz evreli kromatografi analizi yapılır.
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: kalibrasyon, kör, kontrol noktaları, numune

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.
- Elektron yakalayan tarayıcı kullanılması halinde, farklı kutuptaki ikinci bir kolon üzerinde analiz yapılmasıyla sağlama yapılması tavsiye edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.10.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, içme sularında epiklorhidrin tayininde kullanılır.	Referans standardı - EN 12407
Muhafaza - Numune tam dolu 500 mL'lik kahverengi cam şişelerde alınır. - Sodyum tiyosülfat ilave edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - Mümkün olan en kısa zamanda analiz edilir. - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda - Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilmelidir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10''de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5°C ± 3° veya soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.1-0.5 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri, analiz çözeltileri ve reaktifler özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. yukarıda)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Ayrışım kartuşları, boş ya da basınçlı mekanizma, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da oturtulmuş tıpalı numune şişeleri

- Elektron yakalayan tarayıcı ya da kütle spektrometre ölçümlü tarayıcı bulunduran gaz kromatografi cihazı

- İnce boru kolonları: , DB-1, DB 624 örneğın, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Deiyonize su
- Gaz: Azot, helyum
- Standart madde: Epiklorhidrin + iç standartlar
- Sudan geçirme solventleri: İzopropil eter
- Bileşimin SPE adsorbent evresi: Polimerik evre
- Ayrışım verimini kontrol etmek amacı ile suyla karıştırılan solvent: İzopropil eter

5 Uygulama

Polimerik adsorbant evrede ayrıştırma işlemi izopropil eter-su karışımından geçirildikten sonra yapılır.

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığın, standart ve kontrol çözeltilerin, referans çözeltilerin, analiz edilecek numunelerin ve 10 numunede bir kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6 Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olduğu kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır .
- Bileşenler muhafaza sürelerine ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler. Elektron yakalayan tarayıcı kullanılması halinde, farklı kutuptaki ikinci bir kolon üzerinde analiz yapılmasıyla sağlama yapılması tavsiye edilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

3.10.6. Analiz Maliyeti

60 € ile 120 € arasında

3.11. MİKROSİSTİNLERİN TAYİNİ

Sıvı Faz Ekstraksiyonu (SPE) ayırımı yöntemi ve ultra viole (UV) taramayla yüksek performansta sıvı kromatografisi

(ISO 20179: SPE ve HPLC/ UV yöntemi)

3.11.1. Amaç

Son günlerde biyolojik toksinler, araştırma kuruluşlarına bilimsel açıdan konu olmaktadır. Özellikle içme sularında siyanotoksin ya da siyanobakterilerin toksinlerine bağlı sağlık risklerinin ortaya çıkmasında önem taşımaktadır.

Siyanobakteriler, fazla derin olmayan, ılık, durgun ya da hareketsiz ve temel besin maddeleri bakımından (azot, fosfor, ...) zengin olan sularda gelişirler. Siyanobakteriler, su yüzeyinde maviye çalan yeşil bir ince tabakanın oluşmasıyla tanınır. Hücrelerin çoğalması için uygun ortam olması halinde çok hızlı çoğalabilen mikroorganizmalardır.

Özellikle yaz dönemi siyano bakterilerinin endotoksinlerini (mikrosistinler) serbest bırakmaya elverişli bir ortamdır.

İnsani kullanım amaçlı sularda LR türü (Leucine Argine) mikrosistin işlenmemiş sularda yosunların çoğalmasının bir göstergesi olarak maksimum 1 µg/L olarak belirlenmiştir

Tatlı sularda bulunan bazı mikrosistinler, sinir sistemi ve karaciğeri etkileyebilir.

3.11.2. Kapsam

Bu toksinlerin sağlık riski taşımasından dolayı, bu parametrenin analizi ile suyun işlenmesi sırasında koruyucu önlemler alınmasını gerektirir.

Fransa'nın AFFSSA Enstitüsü, insani kullanım amaçlı sularda LR türü (Leucine Argine) mikrosistin sınır değerini 1 µg/L olan tavsiye etmektedir.

3.11.3. Standartlar

Mikro sistinlerin Tayini : SPE ayırışım yöntemi ve ultra viyole (UV) dedektörlü yüksek performansta sıvı kromatografisi

(ISO 20179: SPE ve HPLC/ UV yöntemi)

3.11.4. Prensip

Siyanobakteri içeren su numuneleri önceden filtre edilmelidir. Biyomas, bir solvent (metanol/su) ile ayırıştırılır. Ayırışım filitrelenir, yoğunluğu azaltılır ve numunenin arıtılması ile katı- sıvı ayırışımı gerçekleştirilir. Süzölen kısım saf su gibi işlenir.

Çeşme suları gibi saf sular SPE tekniğı kullanılarak zenginleştirilirler. Mikro sistinler, %0.1 oranında trifloroasetik asit içeren metanol/su (90:10) karışımıyla SPE kartuşundan ayrılır.

Mikrosistinlerin miktarı , 239nm'de UV dedektörlü HPLC cihazı kullanılarak belirlenir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler tamamı doldurulmuş 1000 mL'lik kahverengi cam şişelere alınır. Numuneler, numune alımından sonra en fazla 48 saat içerisinde analiz edilmelidir. Nakil süresi boyunca, 5 °C±3°C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: Metanol/su (20:80) karışımındaki çözeltide 0.2 µg/mL – 3 µg/mL aralığında
- Stok çözelti: Metanol/su (20:80) karışımındaki her bir mikrosistinden (-LR, -YR, -RR) 2.5 µg/mL
- Maddeler: Mikrosistin-LR, -YR, -RR

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

- Ana stok çözeltiden başlayarak kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön analizi yapılır (0.45 µm'lik filtreden flitre edilmesi ve sodyum tiyosülfat eklenmesi). Filtrasyon işleminden sonra elde edilen parçanın ultrasonik ayırışımı yapılır.
- % 0.1 oranında trifloroasetik asit içeren metanol/su (90:10) karışımıyla ayırışım kartuşu sudan geçirilir.
- 0.45 µm filtreden elde edilen parçanın ayırışımının arıtılması gerçekleştirilir.
- Her bir parçanın UV dedektörlü yüksek performansta sıvı kromatografisi ile analizi yapılır
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: standartlar, kör analiz, kontrol noktaları, numune

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler, kolonda alıkonma sürelerine göre UV spektrumlarına göre belirlenir.
- HPLC/UV yöntemine bir alternatif olarak kütle spektrometrisi-HPLC yöntemi kullanılır.
- HPLC/UV yöntemine bir alternatif olarak kütle spektrometri ile çift HPLC kullanılmaktadır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

2.6.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, içme ve işlenmiş içme sularında mikrosistinlerin tayininde kullanılır.	Referans standartları - ISO 20179 - Diğer yöntem: ISO/DIS 20179: Yüksek performansta sıvı kromatografi (HPLC) yöntemi ve kütle spektrometri (MS/MS) tarama
Muhafaza - Numune 1000 mL'lik kahverengi cam şişelere tamamen dolacak şekilde alınır.	Analizden önce muhafaza süresi - En fazla 48 saatte analiz edilir. - 5°C±3°C'de karanlıkta muhafaza edilir
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°'de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5°C ± 3° veya soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 1 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Amaç (yukarıya bakınız)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Ultrasonik banyo, ayrıştırma kartuşları, boş ya da basınçlı mekanizma, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı kahverengi cam numune alma şişeleri ya da rodaj kapaklı numune alma şişeleri:

- HPLC sıvı evreli kromatografi: UV dedektör ve kütle spektrometresi
- HPLC ayırma kolonu: Örneğin C18 evresi, uzunluk: 250 mm, çap: 2 ile 4 mm, dolurma parçalarının boyu: 3 ila 5 µm
- Enjeksiyon halkası

Reaktifler

- Deiyonize su
- Gaz: helyum
- Standart madde: Mikrosistinler-LR, -YR, -RR
- Elüsyon solventleri: Metanol/su (20:80)
- Bileşimin SPE adsorbent evresi C18 evresi
- Kontrol amacıyla suyla karışabilir solvent: Metanol/su (20:80)

5. Uygulama

Numune göz açıklığı 0.45 µm olan filtleden süzülür.

C18 biçiminde katı emilim halinden sıvı hale ayrıştırılır ve daha sonra (20:80) metanol/su karışımı ile yıkama işlemi yapılır.

(75:25) metanol/su karışımıyla 0.45 µm zar üzerinde kalan madde ultrasonlardan alınır ve ayırışım C18 üzerinden SPE ile arıtılır.

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığı: kalibrasyon çözeltileri, analiz edilecek numuneler, 10 numuneden sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve nicelendirme yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analiz yapılır.
- Ekstraksiyon geri kazanım kontrolü yapılır.
- Çalışma aralığı belirlenir.
- Kontaminasyon mevcudiyetinden emin olunan bir ortamda numune alımı yapılırken, alanda ikinci bir numune daha alınarak kör analiz yapılır. Böylelikle daha son-

ra suda saptanabilecek kirleticilerin çevresel koşullardan değil suyun kendisinden kaynaklandığından emin olunmalıdır.

- Kalibrasyon eğrisi kontrol edilmelidir : Stabilite, korelasyon katsayısı
- Yukardaki kriterlere uyulması halinde bir bileşik mevcudiyeti var kabul edilir: Bileşikler kolonda alıkonma zamanlarına ve UV spektrumlarına göre saptanır. HPLC/UV yöntemine bir alternatif olarak kütle spektrometrisi-HPLC yöntemi kullanılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.6.6. Analiz Maliyeti

100 € ile 150 € arasında

3.3.12. POLİSİKLIK AROMATİK HİDROKARBON

(ISO 17993: Sıvı – sıvı ekstraksiyondan sonra florasan dedektörlü HPLC ile sudaki 15 polisiklik aromatik hidrokarbonun (PAH) tayini

3.12.1. Amaç

Polisiklik aromatik hidrokarbonlar, birçok bileşik aromatik çekirdekleri olan hidrokarbon bileşenleri grubundan oluşur. 2 ila 8 çekirdekten oluşan ve homosiklik türevleri ve heterosiklik türevleri içeren, azot, oksijen ya da kükürt atomları içeren yaklaşık 1896 yapısı vardır. Homosiklikler arasında bu bileşenlerin 16'sı USEPA tarafından öncelikliler olarak belirlenmişlerdir.

Çevredeki insan kaynaklı atık maddelerinden, fosil yakıtlarının tamamlanmamış yanmasından, artıkların yanarak kül olmasından, kok kömür ocaklarındaki ya da alüminyum birleştirme işlemlerinde kullanılan sanayi işlemlerinden kaynaklanmaktadır. PAH'ların % 35'i motorlu taşıtlardan çıkan maddelerden oluşmaktadır. Diğer muhtemel kaynaklar ise karbonlu maddeler ve yağların yanması ile yapılan çalışmalardır. Orman yangınları, volkanik hareketler ve toprak kaymaları PAH oluşturan doğal kaynaklardır. 98/83/CE numaralı Avrupa Direktifiyle belirlenen parametrik değerler benzo(a)piren için 0.01 µg/L benzo(b)fluoranten, benzo(k)fluoranten, benzo(ghi)perilen ve indeno(1,2,3-cd) piren için toplam 0.1 µg/L dir.

3.12.2. Kapsam

Halk Saęlıęı koruma planı çerçevesine göre benzo(a)pren ve PAH'ların bir çoęu IARC (Uluslararası Kanser Arařtırma Ajansı) tarafından kanserojen ajanlar olarak sınıflandırılmıřtır. İnsani kullanım amaçlı sularda bazı PAH'ların oranı 0.01 µg/L deęerini ařmamalıdır.

Bu bileřenler için yapılan arařtırma sularda, bulunan kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileřenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirlilięin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.12.3. Standartlar

ISO 17993: Sıvı – sıvı ekstraksiyondan sonra floresan dedektörlü HPLC ile sudaki 15 polisiklik aromatik hidrokarbonun (PAH) tayini

3.12.4. Prensip

Su nitelikli numunelerdeki PAH lar bir solvent, hekzan yardımı ile ekstrakte edilir. Ekstrak buharlařma ile yoęunlařtırılır ve HPLC ile analiz için uygun olan bir solventin içine alınır.

Gerekirse, ve daha karıřık matris kirli numune ayrıřımı silis jeli üzerinde kromatografi ile artırılır.

PAHlar, uygun bir kolon yardımıyla HPLC ile gradyen elüsyon kullanılarak ayrılır. Tanımlama ve ölçüm; uyarı ve yayım dalgalarının uzunluęunun programlanmasıyla floresan ile tarama yapma yoluyla gerçekteřtirilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler ya PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam řişelere ya da sıkıřtırma kapaklı kahverengi cam řişelere alınır.

PAH lar için, ekstraksiyonun 24 saat içerisinde yapılması tavsiye edilir. Eęer bu mümkün deęil ise, 25 mL hekzan katılır ve karıřtırılır. Böylelikle, süre 72 saate kadar uzatılmıř olur.

Bakiye klorun var olması halinde, sodyum tiosulfat ilave edilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C +/- 3°C deęerlerinde soęutulmuř kapalı bir alanda, ıřıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doęrulama

- Kalibrasyon çözelti aralıęı: 0,005 mg/L – 0,1 mg/L aralıęında
- Asetonitril içerisindeki ana stok çözelti
- Reaktifler: 16 referans PAH

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözelti aralığı ana stoktan başlanarak asetonitril içerisinde hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön hazırlığı ve numune alım şişeleri içerisindeki hekzan ile ekstraksiyon yapılır.
- Ekstrakte edilmiş maddeler toplanır.
- Evaporatör yardımı ile ekstrakt konsantre edilir, saflaştırılır ve asetonitril içerisine alınır.
- Yüksek performanslı sıvı kromatografi ile analizi yapılır.
- Analitik ölçümü gerçekleştirme: standartlar, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler. Tanımlama uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanması ve florans ile tarama yapma yoluyla gerçekleştirilir.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

3.12.5. Yöntemin İşleyişi

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, içme sularına, yer altı sularına ve 0.005 µg/L'den yüksek kütleli konsantrasyonlu yüzeydeki sulara uygulanır. Yöntem, floresans özelliğe sahip 16 PAH'ın belirlenmesine uygulanabilir.	<u>Referans standartı</u> - ISO 17993
<u>Muhafaza</u> - sıkıştırma kapaklı cam ya da PTFE kaplı vida kapaklı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Bakiye klor bulunması halinde sodyum tiosülfat ilavesi	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 5°C±3°C'de 1 gün, 20 mL hekzan eklendikten sonra 3 güne çıkabilen bir toleransla - Kör çalışması

Muhafaza sıcaklığı	
Numuneler nakil süresi boyunca $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı	Sonuçların ifade edilmesi
0.01 $\mu\text{g/L}$	$\mu\text{g/L}$

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3.Prensip (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, ayırma hunisi, temizleme kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma kapaklı numune şişeleri :

- Mobil fazın akışını programlamaya yarayan pompa ile yüksek performansta sıvı kromatografi (HPLC): uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanması ile floresanlı dedektör
- HPLC kolonu: C18 PAH, uzunluk: 250 mm, çap: 3 mm
- Enjeksiyon halkası: 5 ila 50 μl

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum; HPLC'de kullanılan çözücülerin gazının giderilmesi için
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventleri: hekzan
- Mobil faz: asetonitril
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı: aseton ile hazırlanan standartlar su ile karıştırılabilir (geri kazanım)
- Temizleme reaktifleri: Silis jeli

5. Uygulama

Numune PTFE kaplı tıpalı kahverengi cam şişede ya da ayırma hunisi içerisinde ekstraksiyon solventi (hekzan) ile ekstrakte edilir.

Silis jeli ile yapılan bir temizlemeden sonra solvent (hekzan) buharlaştırılır.

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar ölçümü yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon veriminin kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Standartlardan farklı bir çözelti ile okumaların kontrolü
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilite ve koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü
- aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayılır: Alıkonma zamanı ve özel uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanmasıyla floresan ile tarama

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

miktar tayini iç ya da dış standart modu kullanılarak hazırlanmış kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ değerinde ifade edilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama

3.12.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.13. AKRİLAMİT TAYİNİ

– SM/SM tandem modunda spektrometre ile birleştirilmiş sıvı kromatografi ile bir inceleme ve doğrudan enjeksiyonu kullanan bir metottür.

3.13.1. Amaç

Akrilamit polimerleri sulara karışabilecek maddeler arasındadır.

3.13.2. Kapsam

Akrilamitin sularda bulunması zehirlenmeye neden olduğu için bu maddenin sularda bulunup bulunmadığını araştırmak ve bulunuyorsa gerekli tedbirleri almayı kapsamaktadır.

3.13.3. Standartlar: Bir standart yoktur.

Akrilamit tayini – SM/SM tandem modunda spektrometre ile birleştirilmiş sıvı kromatografi ile bir inceleme ve doğrudan enjeksiyonu kullanılan bir metottur.

3.13.4. Prensip

Su numuneleri, SM/SM tandem modunda spektrometre ile birleştirilmiş sıvı bir kromatograf içerisine doğrudan enjekte edilirler.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, tamamen dolu olmak üzere 1000 mL'lik kahve rengi camdan kapaklı şişeler içerisinde hazırlanırlar. Numuneler, alım işlemi biter bitmez işlenir ve incelenirler, yani alımlarından azami 48 saat sonra. Nakliyat boyunca, ışıktan uzak, 5 °C +/- 3°C'lik ısıda dondurulmuş kapalı bir yerde muhafaza edilmelidirler.

Analiz

Tandem modunda spektrometri ile birleştirilmiş likit kromatografi enjeksiyonu

Bileşimlerin Tanımlanması

Bileşimler spektrometri haline geçişi ve tutulma zamanları yönünden tanımlanırlar.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir

3.13.5. Analiz Maliyeti

100 € ile 150 € arasında

ALT BÖLÜM 4

HAM SULARA İLİŞKİN SPESİFİK PARAMETRELER

4.1. ANYONİK YÜZEY AJANLARININ MİKTARLARININ AYARLANMASI

(SABM metilen mavisi indeksinin ölçülmesi ile NF EN 903 normu).

4.1.1 Amaç

Bu inceleme ile, evlerden çıkan bazı hava kirletici indikatörler olan anyonik yüzey etkenlerini araştırmayı ve miktarlarının insan tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlamaktadır.

4.1.2 Kapsam

Anyonik yüzey etkenlerinin araştırması, evden gelen atık sularla, içme suyu üretimi için kullanılan suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.1.3 Standartlar

SABM metilen mavisi indeksinin ölçülmesi ile anyonik yüzey ajanlarının tayini (NF EN 903 standardı).

4.1.4 Prensip

Anyonik yüzey ajanları, 650 nm'lik dalga boyunda moleküler emme spektrofotometresi ile kloroform ile ortaya çıkan bir metilen mavisi kompleksi şeklinde incelenir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, metanol ile önceden yıkanmış cam şişelere alınır.

4±2°C soğutulur ve doymuş kloroform (yaklaşık litre başına 5 mL) ekleyerek stabilize edilir. Nakliyat boyunca, ışıktan uzak, 6 °C ile 3°C arasında bir sıcaklıkta kapalı bir yerde muhafaza edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon aralığı: LAS için 0.05 mg/L– 2 mg/L

Nitrat, klorür ve sülfat iyonu için 1 mg/L – 10 mg/L aralığında

1 g/L LAS ana standart çözeltisidir.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri ana stok çözeltiden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Her analizde, 0.4 g/L'e ana stok çözeltiden başlanarak 20 ve 2 mg/L'de iki çözelti hazırlanır.
- 100 mL'lik ölçülü balon jode, 2 mg/L'den 5 ve 10 mL'e, 20 mg/L'den 2, 4 ve 6 mL'e standart çözelti ilave edilir. 100 mL su ilave edilir. Bu çözeltiler 0.1, 0.2, 0.4, 0.8 ve 1.2 mg/L konsantrasyonunda hazırlanır.
- 100 mL deiyonize su ile kör analiz yapılır.
- 500 mL'lik bir ayırma hunisine aşağıda verilen kimyasallar ilave edilir.
- 100 mL numune
- 5 mL yıkanmış nötr metilen mavisi çözeltisi
- 15 mL kloroform
- 1 dakika boyunca hafif ve düzenli olarak çalkalanır ve 2 dakika fazların ayrılması için beklenir.

Aşağıdaki özellikleri içeren bir ayırma hunisinde kloroformlu faz toplanır:

- 5 mL yıkanmış metilen mavisi çözeltisi
- 110 mL deiyonize su
- 1 dakika boyunca çalkalanır ve 2 dakika fazların ayrılması için beklenir.
- Kloroform ile önceden karıştırılmış camyünü ve bir huni ile donatılmış 50 mL'lik camdan bir küçük şişe içerisine kloroformik faz toplanır.
- Her defasında 10 mL kloroform kullanarak asit ve alkalın çözeltilerinin işlemi 2 defa tekrarlanır.
- Hacimli küçük şişeler kloroform ile çizgisine kadar tamamlanır.
- 10 mm'lik bir kuvvet ile 650 nm dalga boyunda kalibrasyon çözeltilerinin ve numunelerin absorbanansı ölçülür.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar, mg/L LAS olarak ifade edilir.

4.1.5 Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Düzeltmeler

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, anyonik deterjanların tayininde kullanılır.	Referans standardı EN 903 (Mart 1994)
Muhafaza -Numune polietilen veya cam şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C’de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^{\circ}\text{C}$ ’ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ veya $2^{\circ}\text{C}-5^{\circ}\text{C}$ arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.05-0.1 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/ L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiptir (Bkz. Yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- Deiyonize su ile yıkanmış laboratuvar cam malzemeler (deterjan maddesi kullanılmamalıdır)
- 500°C ’de fırında ısıtılmış 500 mL’lik ayırma hunileri
- Tüm cam malzemeler ve ayırma hunileri kullanılmadan önce kloroform ile yıkanacaktır.
- Görünür UV spektrofotometre
- 0.1 mg’e hassasiyette terazi

Reaktifler

Tüm reaktifler seyreltilir ve bu amaçla deiyonize su kullanılır.

Metilen mavisi çözeltisi: 1 litre su içerisinde 0,350 g metilen mavisi çözünür. Bu çözelti, 2 hafta boyunca kararlıdır. Minimum 24 saat öncesinden hazırlanmış olmalıdır.

Sülfürik dodekan asidin sodyum tuzu : $C_{12}H_{25}NaO_4S$

Kloroform: $CHCl_3$

Derişik sülfürik asit: H_2SO_4

Sodyum bikarbonat: $NaHCO_3$

Susuz sodyum karbonat: Na_2CO_3

Yıkanmış ve nötr metilen mavisi çözeltisi : 1 litre su içerisinde 0,350 g metilen mavisi çözünür. Bu çözelti, 2 hafta boyunca kararlıdır. Minimum 24 saat öncesinden hazırlanmış olmalıdır.

Çözeltinin yıkanması: 500 mL bir ayırma hunisi içerisine, 100 mL çözelti, 200 mL nötr çözelti ve 200 mL kloroform ilave edilir. 30 saniye boyunca çalkalanır fazların ayrılması için beklenir. Kloroformik faz ayrılır ve sıvı fazı sallamadan 60 mL kloroform ile yıkanır. Kloroformik faz mümkün olduğu kadar açık renkte olmalıdır.

Yıkanmış ve asitli metilen mavisi çözeltisi: 500 mL su içerisinde 0,350 gr metilen mavisi çözünür. 6.5 mL sülfürik asit ilave edilir ($d= 1.84$ g/mL) ve deiyonize su ile 1 L'ye tamamlanır. Tampon çözeltisi ilave etmeden yukarıda anlatılan işleme göre bu çözelti yıkanır.

Minimum 24 saat öncesinden hazırlanmış olmalıdır.

Tampon çözeltisi pH=10: 1 litrelik deiyonize su içerisine 24g $NaHCO_3$ ve 27 g susuz Na_2CO_3 çözülür.

Ana standart çözelti: 1 litrelik kapaklı bir küçük şişe içerisinde, 400 mg sülfürik dodekan asidi sodyum tuzu ilave edilir. Deiyonize su ile 1 L'ye tamamlanır.

Bu çözelti 6 ay muhafaza edilir.

5 Uygulama

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve ölçüm gerçekleştirilir. Her analizde, 0.4 g/L ana standart çözeltiden 20 ve 2 mg/L'de iki çözelti hazırlanır.

100 mL'lik kapaklı bir küçük şişe içerisinde, 20 mg/L'de 6 mL çözelti ve 2,4 ve 2 mg/L'de 5 ve 10 mL çözelti ilave edilir. Deiyonize su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Bu standart çözeltiler 0.1, 0.2, 0.4, 0.8 ve 1.2 mg/L konsantrasyondadır.

100 mL deiyonize su ile kör analiz yapılır.

500 mL'lik bir ayırma hunisine aşağıda verilen kimyasal maddeler ilave edilir:

100 mL numune

5 mL yıkanmış nötr metilen mavisi çözeltisi

15 mL kloroform

1 dakika boyunca hafif ve düzenli olarak çalkalanır. 2 dakika fazların ayrılması için beklenir.

Bir ayırma hunisi içerisinde aşağıdaki kimyasallar ilave edilerek kloroformlu faz toplanır:

5 mL yıkanmış metilen mavisi asit çözeltisi

110 mL deiyonize su

1 dakika çalkalanır. Fazların ayrılması için beklenir.

Kloroform ile önceden karıştırılmış camyünü ve bir huni ile donatılmış 50 mL'lik camdan bir küçük şişe içerisine kloroformlu faz toplanır.

Her defasında 10 mL kloroform kullanarak asit ve alkalın çözeltilerinin işlemi 2 defa tekrarlanır.

Kloroform ile hacimli küçük şişeler çizgisine kadar tamamlanır.

10 mm'lik bir kuvvet ile 650 nm dalga uzunluğunda kalibrasyon çözeltilerinin ve numunelerin absorpsiyonu ölçülür.

6 Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olduğu kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L LAS olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.1.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 25 € arasında

4.2. KJELDHAL AZOTU TAYİNİ

Selenyum mineralleştirme sonrası (Standart EN 25663)

4.2.1. Amaç

Bu inceleme, evlerden çıkan bazı hava kirletici indikatörler olan azotlu organik maddeleri ve miktarlarının insani tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlamaktadır.

4.2.2. Kapsam

Başka indikatörlere (DCO, DBO, MES,...) bağlı Kjeldhal azotu araştırması, evden gelen kullanılmış sularla, içme suyu üretimi için kullanılan suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.2.3. Standartlar

Selenyum'da mineralleştirme sonrası Kjeldhal azotu tayini (Standart EN 25663).

4.2.4. Prensip

Kjeldahl metodu ile tam azot tayini ile yalnızca negatif durumunda olan azot tayin edilir.

Kjeldahl metodu ile tam azot tayini **NF EN 25663** (ocak 1994) standardına göre yapılmaktadır. Amonyum sülfat oluşturmak için numune mineralleştirilmesi, serbest bırakma ve amonyağı damıtılıp, titrimetrik olarak miktar tayini yapılır.

Kjeldahl azotu (NKJ): Mineralleşme sonrasında numunede amonyak ve organik azot belirlenirken nitrat ve nitrit belirlenemez.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler 1 L'lik polietilen kaplı şişelere alınır. Su numuneleri H₂SO₄ (pH<2) ile asitlendirilir.

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon metodu: Doğrudan amonyak şeklinde olan sülfonat paratoluen amonyumu (%7.4 azot), mineralleşmeyi test etmeyi sağlamamaktadır: 100 mg, 100 mL içerisinde çözülür.

Asetanilit (yaklaşık % 10.4 azot), mineralleşmeyi test etmeyi sağlar: 100 mg, 100 mL içerisinde çözülür.

Analiz

Mineralleşme

Çözme

Saptama

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L N olarak ifade edilir.

4.2.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Düzeltmeler

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, Kjeldahl metodu ile tam azot tayininde kullanılır. Yalnızca negatif yüklü olan azotun miktarı belirlenebilir.	Referans standardı NF EN 25663
Muhafaza - Cam veya polietilen şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. Numuneyi asitlendirmek amacı ile H ₂ SO ₄ (pH< 2) ilave edilir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C'e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	

Ölçüm sınırı 0.5 mg/L N	Sonuçların ifade edilmesi mg/L N
-----------------------------------	--

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiptir (Bkz. Yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

4.1. Malzeme

Araç ve gereçler

0.1 mg hassasiyette terazi

Laboratuvar malzemeleri

Mineralleşme:

Boş pompaya bağlı bir duman ayırıcısı ile donanımlı mineralleşme bloğu

Mineralleşmede kullanılan kuvars tüpler

Kaynamayı düzenleyen cam boncular

Damıtma düzeneği

4.2. Reaktifler

Tüm reaktifler seyreltilebilir olmalıdır.

- Hidroklorik asit (d=1.18 g/mL)
- Sülfirik asit (d=1.84 g/mL)
- 400 g/L'e NaOH
- 0.1 mol/L NaOH: 1 L'de 4 g sodyum hidroksit çözülür.
- 0.1 mol/L HCl çözeltisi
- Deiyonize su
- Sodyum sülfat (Na₂SO₄)
- Metil kırmızısı: 50 mg metil kırmızısı 100 mL etanol içerisinde çözülür (Metil kırmızısının etanol içerisindeki çözünürlüğü sudan daha fazladır)
- Metilen mavisi: 150 mg metilen mavisi 100 mL su içerisinde çözülür (2 haftadan fazla muhafaza edilmemelidir)

- İndikatör çözeltisi: 40 g borik asit yaklaşık 500 mL sıcak su içerisinde çözülür; oda sıcaklığına getirilir; 20 mL'e metil kırmızısı çözeltisi, 4 mL metilen mavisi çözeltisi ilave edilir. 7 mL 0.1mol/L soda ilave edilir. Son hacim 2 L'ye tamamlanır.

Mineralleşme için:

- Katalizör karışım: Katalizör (K_2SO_4 /selenyum, 100/1)
- Köpük önleyici etken, (Na_2SO_4 /silikon)

NH_4 için:

- 100g/L Sodyum karbonat ($Na CO_3$) çözeltisi: (400g/L'de sodanın yerini alır)

5 Uygulama

Mineralleşme

- Analizden önce, yaklaşık % 10'luk hidroklorik asit ile kuvars tüpler yıkanır. Tüpler, 5 dakika boyunca kaynatılır ve soğumaya bırakılır.
- Konsantrasyona göre 25 ve 100 mL arasında numune alınır. Numuneyi almadan önce su numunesi iyice çalkalanır.
- Kaynamayı düzenleyen cam boncuklar
- Bir katalizör pastili ve bir köpük önleyici madde ilave edilir.
- 10 mL derişik sülfürik asit ilave edilir.

Sülfürik asit, karşıma ilave edilirken iyice çalkalanır.

- Yaklaşık 420 °C'ye kadar ısıtılmış mineralleşme bloğuna numune yerleştirilir
- Mineral berrak veya hafifçe kahverengiye dönüşene kadar 60 dakika ısıtılır
- Oda sıcaklığına kadar soğutulur
- Dikkatlice 50 mL deiyonize su ilave edilir .

Damıtma

Mineralleşmiş numuneler damıtılan kısım ile birlikte doğrudan tüplerde incelenir.

Sonunda, cihaz mL olarak kullanılan HCl hacmini (V) gösterir.

6 Kontrol

Her analiz serisinde, bir kör (100 mL deiyonize su), bir kalibrasyon ve bir çift (% 10) yapılır. Kör analiz için HCl'e 0.15 mL' yi aşmamalıdır.

Bu analiz için iki ölçüm örneği verilmiştir:

- Doğrudan amonyak şeklinde olan sülfonat paratoluen amonyum (% 7.4 azot) mineralleşmeyi test etmeyi sağlamamaktadır: 100 mL içerisinde 100 mg çözülür

- Asetanilit (yaklaşık % 10.4) mineralleşmeyi test etmeyi sağlar: 100 mL içerisinde 100 mg çözülür

Analiz, bu çözeltiler için elde edilen sonuçlar bu kalibrasyon noktalarından itibariyle hesaplanan ± 2 aralık, tip aralığında dahil ise, kabul edilir görülecektir (kontrol kartı laboratuvar sorumlusu tarafından düzenlenecektir). Bu işlem için, yaklaşık 20 analiz hesaba katılacaktır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L N olarak ifade edilmektedir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.2.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 15 € arasında

4.3. BİYOKİMSAYAL OKSİJEN İHTİYACI (DBO)

Bölüm 1: Sıvılaştırma ve allil thiu - üre katkısı ile tohumlama (EN 1899-1)

4.3.1. Amaç

Bu inceleme ile, evlerden çıkan bazı hava kirletici indikatörler olan anyonik yüzey etkenlerini araştırmayı ve miktarlarının insan tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlamaktadır.

4.3.2. Kapsam

Başka indikatörlere bağlı DBO5 ölçümü (DCO, NTK, MES, ...), evden gelen kullanılmış sularla, içme suyu üretimi için kullanılan suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.3.3. Standartlar

n günden sonra biyokimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesi (DBOn) : Bölüm 1: Sıvılaştırma ve allil thiu - üre katkısı ile tohumlama (EN 1899-1)

4.3.4. Prensiptir

4 gün sonra biyokimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesi bir su numunesinde oksijen tüketimini belirlemeyi sağlar. Thoure alil, nitratlaşmaya bağlı girişimleri yok etmek için kullanılır.

Numune alma ve hazırlanması

Analiz, numune alımından itibaren 24 saat içerisinde yapılmalıdır.

Bu süre içinde numune analiz edilemez ise yaklaşık -20°C 'de dondurulur. Analizden önce çözünmesi için bekletilir.

Nakil süresi boyunca, 4°C ile 6°C 'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

DBO₅ kontrol çözelti ile ölçüm yapılır. Değeri dosyaya işlenir ve bir takip sayfasına tescil edilir.

Tanık çözeltisinin kabul edilir değerleri, en az 25 belirleme dizisi işletmesi ve kontrol kartının düzenlenmesi sonrasında verilir. Standart, 210 ± 40 mg/L olarak yaklaşık değerler vermektedir.

Analiz

Deiyonize su

Sıvılaştırmaların gerçekleştirilmesi

İlk çözünürlük aşamasında oksijen olarak miktarın belirlenmesi

20°C 'de 5 gün boyunca bekletilir.

Son çözünürlük aşamasında oksijen olarak miktarın belirlenmesi

DBO₅ hesaplaması

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir.

4.3.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Düzeltme

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1. Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, sıvılaştırma metodu ile DBO ₅ 'in belirlenmesinde kullanılır.	Referans standartları - EN 1899-1 - Sıvılaştırmaz diğer metotlar: EN 1899-2
Muhafaza - Numuneler cam veya polietilen şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -20 °C'de dondurulur.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C'e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 3 mg/L O ₂	Sonuçların ifade edilmesi mg/L O ₂

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir iş-lemle imha edilmelidir.

3. Prensip (Bkz. Yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler:

- Tıpalı şişeler
- 10 litrelik plastik kaplar
- Entegre karıştırıcılı oksijenli sonda ve oksimetre
- 20 °C'de kapalı alan
- Dereceli deney malzemeleri

Reaktifler

Deiyonize su

Tohum suyu: Tohum için aynı gün kullanılmış suların arındırma istasyonu çıkışından 0,5 L atık su örneği alınır.

Filtre üzerinden 1 saat boyunca süzülür.

Bu su, 5.6'ya göre tohum için hazırdır.

Sıvılaştırma suyunun hazırlanması: Deiyonize su litre başına, her bir çözültiden 1 mL ilave edilir (normun 5.4.2 ila 5.4.5 arası). Karıştırılır, açık kaptaki havalandırılır ve 20°C'de bir gece muhafaza edilir.

Tohum sıvılaştırma suyu: Tohum suyunu eklemeyen önce, çözünmüş oksijen konsantrasyonunun en az 8 mg/L olduğuna dikkate edilir, aksi halde bu minimum değer elde edilene kadar su kaynatılır.

Sıvılaştırma su litresi başına 5 mL tohum suyu ilave edilir (5.3.).

Kontrol solüsyonu, glutamik – glükoz asidi

Her DBO serisi esnasında bu çözelti hazırlanır.

Allil thio-üre (ATU), 1 g/L'lik çözelti. Bu çözelti 2 hafta boyunca 4°C'de muhafaza edilir.

5 Uygulama

DCO değerleri yardımıyla hesaplanan DBO tahminleri itibariyle işlenecek dilüsyonlar belirlenir: tahmin edilen DBO değerlerine göre işlenecek olan denemeleri tanımlayan ve ekte bulunan tablolara bakılır.

Gerektiğinde, 3 dilüsyon yapılır. DCO'nun zayıf olduğu durumlarda (böylece DBO) (30 mg/l'den az), yalnızca bir veya 2 dilüsyon yapılabilir.

Numunelerin belirlenen deneme hacimleri, şişelere alınır.

640 µL Allil thio-üre çözeltisi ilave edilir.

Tohum dilüsyon suyu ile gereken hacimde tamamlama yapılır.

Dilüsyon sonrasında numunelerin pH'ı kontrol edilir; 6 ve 8 arasında olmalıdır (bir pH kağıdı kullanılır). Aksi halde, bu düzeltme **NF EN 1899-1** standardının 8.1.1.'e göre gerçekleştirilir.

6 Kontrol

DBO₅ tanık çözelti üzerinde de ölçülür.

Değeri dosyaya işlenir ve bir takip sayfasına tescil edilir.

Tanık çözeltisinin kabul edilmiş değerleri, en az 25 belirleme dizisi işletmesi ve kontrol kartının düzenlenmesi sonrasında verilir. Standart, 210±40 mg/L. Yaklaşık değerler vermektedir.

Deneme 1.5 mg/L'yi geçmemelidir.

Eğer elektrot eğimi 0,6'dan düşük ise, elektrot temizlenir, elektrolit doldurulur ve/veya zar değiştirilir. Eğim 0.6 ve 1.2. arasında olmalıdır.

Her zar değişiminden sonra:

- < % 3 ultra safazo altında ve kaynatılmış ve çekilmiş suda elektrot sıfır kontrolü yapılır.
- Doymaya yakın bir değerde değer kontrolü (havada bir fokurdamadan geçen çekilmiş su): >97% yapılır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.3.6. Analiz Maliyeti

8 € ile 15 € arasında

4.4 . KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (COD)

Kimyasal oksijenli ihtiyacı (ISO 6060: Kimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesi)

4.4.1. Amaç

Bu inceleme ile, evlerden çıkan bazı hava kirleticiler olan anyonik yüzey etkenlerini araştırmayı ve miktarlarının insani tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlamaktadır.

4.4.2.Kapsam

Başka indikatörlere bağlı COD ölçümü (COD, NTK, MES, ...), evden gelen kullanılmış sularla, içme suyu üretimi için kullanılan brüt suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.4.3. Standartlar

Kimyasal oksijen ihtiyacı (ISO 6060: Kimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesi)

4.4.4. Prensip

Numune alımı aşağıda verilen kimyasalların varlığında asitli ortamda yapılır:

- Bilinen potasyum dikromat miktarı
- gümüş sülfat (oksidasyon katalizörü)
- Klorür iyonlarının karışmasını sağlayan civa (II) sülfat,

Mohr tuzu çözeltisi ile potasyum dikromat tayini (amonyum ve demir(II) sülfat)

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen veya cam kaplı şişelere alınır ve pH'ı 2'den düşük asit çözeltisi (numune litre başına 10 mL derişik H₂SO₄) ilave edilerek stabilize edilir. Numuneler 4 ±2°C'de muhafaza edilir.

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon metodu:

V ve V₁ arasındaki fark (deneme esnasında dikromat çözeltisinin tüketimi) genellikle 0.2 ile 0.3 mL arasındadır. Eğer bu fark 0.4 mL geçer ise nedeni araştırılmalıdır.

Kalibrasyon çözeltisi için elde edilen COD değeri (potasyum hidrojenftalat) 480 ve 520 mg/L arasında olmalıdır.

Analiz

Tüplerin yıkanması

- 10 dakika boyunca 10 mL H₂O ve 15 mL gümüş sülfat – sülfirik asit karışımı ve 5 mL K₂Cr₂O₇'at ile kaynatılarak tüplerin yıkanması sağlanır. Deiyonize su ile en az üç defa tüpler yıkanır.
- Örnekler otomatik bir pipet ile alınır.
- Bir tüpe 10.0 mL numune alınır.(şişe çalkalandıktan sonra örnek alınır; gerekirse, manyetik bir çalkalayıcı kullanılır)
- 0.4 g civa sülfat ilave edilir.
- 5.0 mL 0.04 mol/L'e potasyum dikromat çözeltisi ilave edilir.
- Numunelerin oksidasyonu sağlanır.
- Homojenleştirilir.
- Tüp soğuk su ile soğutulurken, diğer yandan 15 mL H₂SO₄ – Ag₂SO₄ ilave edilir.

Not 1: Gümüş sülfat ilave edildikten sonra, eğer çözeltide beyazımsı bir durumun varlığı söz konusu ise, klorürlü numunenin miktarı kontrol edilir ve standarda bakılır (§ 10).

Not 2: Eğer numune ısınmadan önce yeşil renge bürünür ise, numune sıvılaştırılır. (cf. § 8).

- Her tüp üzerine bir soğutma sütunu yerleştirilir.

- Mineralleşme bloğu üzerinde 260°C'de 2 saat kaynatılır.
- Soğumaya bırakılır. Soğutma sütununun iç duvarı ve tüpün yıkama suları ve tüpün içeriğini bir kapta toplanır. Deiyonize su ile yaklaşık 100 mL'ye tamamlanır.
- Bir kör (numune yerine 10.0 mL deiyonize su), bir kontrol (10.0 mL potasyum hidrojenftalat) ve 10 defa seyreltilmiş numune ile iki ölçüm alınır.

Saptama:

- Mohr tuzu çözeltisi: Bir kap içerisine 50 mL'e su ilave edilir. Dikkatlice 22 mL'e derişik sülfürik asit ilave edilir. 100 mL su ile tamamlanır ve soğumaya bırakılır. 5.0 mL potasyum dikromat solüsyonu ve 2 damla ferroin ilave edilir. Mohr tuzu ile oran saptanır (hacim V).
- Numunenin saptanması: Numuneye 2 damla ferroin ilave edilir. Mohr tuzu ile oran saptanır (hacim V₂).

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir.

4.4.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Düzeltme

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, suların kimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesinde kullanılmaktadır.	Referans standardı -ISO 6060
Muhafaza - Numuneler cam veya polietilen şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. Numuneyi asitlendirmek amacı ile H ₂ SO ₄ (pH< 2) ilave edilir ve 7 gün muhafaza edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C'e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 30 mg/L O ₂	Sonuçların ifade edilmesi mg/L O ₂

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

Analiz sırasında:

- Derişik asit çözeltilerinin kontrolü yapılmalıdır.
- Zehirli bileşiklerin kullanımı (civa ve gümüş sülfatlar)

Böylece, çok sıkı güvenlik kuralları alınmalıdır. (Gözlük kullanma ve eldiven takılmalıdır). Her türlü sülfürik asit şişelerinin nakil veya kullanımında çok dikkatli olunmalıdır.

Bu girişim ile ilgili tüm atıklar "COD" etiketli yeşil renkli bir bidon içerisinde muhafaza edilmeli ve yok edilmesi için bir dış işletmeye sunulacaktır.

3 Prensiptir (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Mineralleştirme bloğu

Kaynamayı ayarlayan cam boncuk

200 mL kuvars tüpler

Dondurma sütunları

10 mL'lik şişe (0.02 dereceli)

250 mL'lik cam kap

Tüm camlar, tozdan uzak tutulmalıdır.

Reaktifler

- Derişik H_2SO_4 çözeltileri ($d \approx 1.83$ g/mL).
- Sülfürik asit – gümüş sülfat: 25 g Ag_2SO_4 , 2.5L derişik sülfürik asit içerisinde sulandırılır. 1 ile 2 gün boyunca dinlenmeye bırakılır.
- Kristal civa(II) sülfat
- 0.04 mol/L'de potasyum dikromat ($K_2Cr_2O_7$): 1000 mL bir şişe içerisinde 1/6 mol/L (1N)'de potasyum dikromat çözeltilerinden 240 mL ilave edilir. Deiyonize su ile 1000 mL'ye tamamlanır. Çözelti 1 ay boyunca kararlıdır.

- 500 mg/L'de potasyum hidrojenftalat çözeltisi: 1000 mL deiyonize suda, 105°C'de önceden kurutulmuş 0.4253 g potasyum hidrojenftalat ($KC_8H_5O_4$) çözülür. Çözelti $4 \pm 2^\circ C$ 'de 1 hafta kararlıdır.
- Amonyum demir (II)sülfat veya Mohr tuzu: $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$

Bir miktar deiyonize su içerisinde 23.5 g amonyum heksahidrat ve demir (II) sülfat çözülür. 10 mL derişik sülfürik asit ilave edilir, soğutulur ve 500 mL'ye deiyonize su ile tamamlanır. Bu çözeltinin oran saptaması her seyreltmede gerçekleştirilir.

- Ferroin, indikatör çözeltisi: ticaret solüsyonu

5 Uygulama

Tüplerin yıkanması:

Tüplerin yıkanması

10 dakika boyunca 10 mL H_2O ve 15 mL gümüş sülfat – sülfirik asit karışımı ve 5 mL $K_2Cr_2O_7$ 'at ile kaynatılarak tüplerin yıkanması sağlanır. Deiyonize su ile en az üç defa tüpler yıkanır.

- Örnekler otomatik bir pipet ile alınır.
- Bir tüpe 10.0 mL numune alınır.(şişe çalkalandıktan sonra örnek alınır; gerekirse, manyetik bir çalkalayıcı kullanılır)
- 0.4 g civa sülfat,
- 5.0 mL 0.04 mol/L'e potasyum dikromat çözeltisi
- Kaynamayı düzenleyen cam boncuk
- Homojenleştirilir ve numunelerin oksidasyonu sağlanır.

Tüp soğuk suda soğutulurken, diğer yandan 15 mL $H_2SO_4 - Ag_2SO_4$ ilave edilir.

***Not 1:** Gümüş sülfat ilave edildikten sonra, eğer çözeltilde beyazımsı bir durumun varlığı söz konusu ise, klorürlü numunenin miktarı kontrol edilir ve standarda bakılır (§ 10).*

***Not 2:** Eğer numune ısınmadan önce yeşil renk görünür ise, numune seyreltilir. (cf. § 8).*

Her tüp üzerine bir soğutma sütunu yerleştirilir.

Mineralleşme bloğu üzerinde 260°C'de 2 saat kaynatılır.

Soğumaya bırakılır. Soğutma sütununun iç duvarı ve tüpün yıkama suları ve tüpün içeriğini bir kapta toplanır. Deiyonize su ile yaklaşık 100 mL'ye tamamlanır.

Bir kör (numune yerine 10.0 mL deiyonize su), bir kontrol (10.0 mL potasyum hidrojenftalat) ve 10 defa seyreltilmiş numune ile iki ölçüm alınır.

Saptama:

- Mohr tuzu çözeltisi: Bir kap içerisine 50 mL'e su ilave edilir. Dikkatlice 22 mL'e derişik sülfirik asit ilave edilir. 100 mL su ile tamamlanır ve soğumaya bırakılır. 5.0 mL potasyum dikromat çözeltisi ve 2 damla ferroin ilave edilir. Mohr tuzu ile oran saptanır (hacim V).
- Numunenin saptanması: Numuneye 2 damla ferroin ilave edilir. Mohr tuzu ile oran saptanır (hacim V₂).

6 Kontrol

V ve V₁ arasındaki fark (deneme esnasında dikromat çözeltisinin tüketimi) genellikle 0.2 ile 0.3 mL arasındadır. Eğer bu fark 0.4 mL geçer ise nedeni araştırılmalıdır.

Kalibrasyon çözeltisi için elde edilen COD değeri (potasyum hidrojenftalat) 480 ve 520 mg/L arasında olmalıdır.

Eğer bir numunenin COD değeri 700 mg/L geçer ise, seyreltme yapılır. (2 mL az numune alınmamalıdır; önemli seyreltmeler için ara bir çözelti ile gerçekleştirilmelidir).

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Amonyum ve demir(II) sülfat çözeltisinin konsantrasyonunun hesaplanması

Mohr tuzunun C konsantrasyonu yaklaşık 0.12 mol/L olmalıdır. mol/L ile ifade edilen bu konsantrasyon aşağıdaki formül ile verilir:

$$C=1.2/V$$

Burada V, bu çözeltinin saptanması için tüketilen amonyum ve demir(II) sülfat çözeltisinin mL olarak hacmidir (cf. § 6).

DCO hesaplanması

$$DCO = \frac{8000 \times C \times (V_1 - V_2)}{V_0}$$

Burada

C = Amonyum ve demir (II) sülfat çözeltisinin konsantrasyonu (mol/L),

V₀ = deneme hacmi (mL),

V₁ = Kör analiz için kullanılan amonyum ve demir (II) sülfat çözeltisinin hacmi (mL),

V₂ = Numune için kullanılan amonyum ve demir (II) sülfat çözeltisinin hacmi (mL).

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.4.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 15 € arasında

4.5. SÜSPANSİYONDAKİ MADDELERİN TAYİNİ

Cam filtreler üzerinde filtrasyon yöntemi (EN 872)

4.5.1. Amaç

Bu inceleme ile, yağmur ve atık suyu, sanayi veya evlerden çıkan hava kirletici indikatörler olan anyonik yüzey etkenlerini ve miktarlarının insani tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlamaktadır.

4.5.2. Kapsam

Başka indikatörlere bağlı DBO5 ölçümü (COD, NTK, MES, ...), evden gelen kullanılmış sular ve içme suyu üretimi için kullanılan suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.5.3. Standartlar

Süspansiyondaki malzemelerin tayini – Cam filtreler üzerinde filtrasyon yöntemi (EN 872)

4.5.4. Prensi

Süspansiyonda olan maddeler cam bir lif filtresi üzerinde tutulur. Süspansiyondaki maddelerin miktarları, 105 °C'de kurutulduktan sonra filtrasyon öncesi ve sonrasında bilinen su hacminden belirlenir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, şeffaf şişelere alınmalıdır. Şişenin çalkalanması esnasında tam bir karışım elde etmek için, şişe tam doldurulmamalıdır.

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve dođrulama

Kalibrasyon metodu:

Haftada bir defa, bir kör (numune yerine 150 mL deiyonize suyu), bir kontrol çözeltisi (200 mL ve çalışma referans süspansiyonu (§2) okutulur. Kör analizde kütle kaybı 0.3 mg'den az olmalıdır ve referans süspansiyonların MES miktarı 45 ve 55 mg/L arasında olmalıdır, aksi halde analitik sekans yeniden başlatılır.

Analiz

Her analizden önce, filtre lotunun 6. paragrafa göre kontrol edildiğinden emin olunmalıdır. Filtrelerin lot numarası dosyaya not edilecektir.

Kullanılan her filtre, bir kaç saat boyunca (örneğin 2 saat) deiyonize su ile yıkanır ve analizden en az bir gece önce 105 °C'de kurutulur.

Kuru filtre, bir cam üzerine yerleştirilir ve sıcaklığı oda sıcaklığına gelmesi için beklenir. Kuru filtre tartılır.

Numune şişesi çalkalanır ve belli miktarda numune, numune kabına alınır.

Eğer numune tamamen dolu bir şişede ise, dereceli deney kabı içerisine azar azar ilave edilerek karıştırılmalıdır.

En az % 2'lik bir fark ile numune hacmi okunmalıdır. 25 mL'den düşük olan numune hacimleri sistematik olarak tartılacaktır.

Numune boş bir filtrasyon sistemi üzerinde filtre edilir ve deney kabı en az 20 mL deiyonize su ile yıkanır ve filtrenin yıkanması için bir prodiyon kullanılır.

Filtre, (105±2°C) derecede en az 1 saat en fazla 14 ile 16 saat arasında kurutulur. Soğutulduktan sonra tartılır. Ne kadar kurutulduğu dosyaya not edilmelidir.

Filtre kurutma destekleri olmaksızın tartılır.

Numune ve kör analiz sonunda MES değerlerini hesaplamak için mg/L olarak tartılan değerler not edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilmektedir.

4.5.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Düzeltme

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1. Yöntem

Uygulama alanı Bu yöntemde minimum tayin sınırı yaklaşık 2 mg/Ldir. 1000 mg/L'den fazla çözülmüş madde içeren numuneler özel bir işlem ile tayin edilir.	Referans standardı NF EN 872 (Haziran 2005)
Muhafaza - Numune tam dolu olmayan cam veya polietilen şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör analiz yapılır.
Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C'e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 2 mg/L O ₂	Sonuçların ifade edilmesi mg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensi (Bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- Filtrasyon için araç ve gereçler
- Buğulama kabı

Reaktifler

Kullanılan filtreler, 50 ve 100 g arasında bir kütleye ve en az filtre başına 0,3 mg'lık bir kütle kaybına sahip, sirküler şekilde olan borosilikat camdan yapılmışlardır. Sartorius 13440 tipi filtreler kullanılır (çap 47 mm).

Buğulama kabında kurutma boyunca filtre destekleri 60 mm çapında camdan yapılmıştır.

En az 0.01 mg'lık hassasiyette terazi kullanılır.

Referans süspansiyonunu gerçekleştirmek için kullanılan mikrokristalin selüloz, ince tabaka kromatografisinde kullanılan bir selülozdur (Fluka referans selülozu: örneğin 22197).

Referans süspansiyonu (MES = 500 mg/L): 0.5g mikrokristalin selüloz tartılır (en az 2 saat boyunca 105 °C'de buğulama kabında kurutulmuş) ve 1 litrelik bir küçük şişe içerisine azar azar ilave edilir. Deiyonize su ile son hacim 1L'ye tamamlanır.

Bu çözelti 3 ay kararlıdır.

Çalışma referans süspansiyonu (MES = 50 mg/L): Referans süspansiyonu tamamen homojen olana kadar çalkalanır. (100±1) mL'e 1 litrelik bir şişe içerisinde azar azar ilave edilir ve deiyonize su ile son hacim 1L'ye tamamlanır.

Bu reaktif taze olarak her gün hazırlanır.

5 Uygulama

Her incelemeden önce, filtre lotunun 6. paragrafa göre kontrol edildiği kontrol edilmelidir. Filtrelerin lot numarası dosyada not edilecektir.

Kullanılan her filtre, bir kaç saat boyunca (örneğin 2 saat) deiyonize su ile yıkanır ve analizden en az bir gece önce 105°C'de kurutulur.

Kuru filtre, bir cam üzerine yerleştirilir ve sıcaklığı oda sıcaklığına gelmesi için beklenir. Kuru filtre tartılır.

Numune şişesi çalkalanır ve belli miktarda numune, numune kabına alınır.

Eğer numune tamamen dolu bir şişede ise, dereceli deney kabı içerisine azar azar ilave edilerek karıştırılmalıdır.

En az % 2'lik bir fark ile numune hacmi okunmalıdır. 25 mL'den düşük olan numune hacimleri sistematik olarak tartılacaktır.

Numune boş bir filtrasyon sistemi üzerinde filtre edilir ve deney kabı en az 20 mL deiyonize su ile yıkanır ve filtrenin yıkanması için bir prodiyon kullanılır.

Filtre, (105±2°C) derecede en az 1 saat en fazla 14 ile 16 saat arasında kurutulur. Soğutulduktan sonra tartılır. Ne kadar kurutulduğu dosyaya not edilmelidir.

Filtre kurutma destekleri olmaksızın tartılır.

Numune ve kör analiz sonunda MES değerlerini hesaplamak için mg/L olarak tartılan değerler not edilir.

6 Kontrol

Her bir yeni filtre lotu, her bir ortalama filtre kütle kaybını kontrol etmek maksadıyla kontrol edilir.

- Birkaç saat boyunca filtreler tamamen suya daldırılarak 3 filtre önceden yıkanır.

- Bir gece boyunca buğulama kabında kurutulur.
- 150 mL deiyonize su ile kör analiz ve numune için uygulama (5) kısmındaki işlemler takip edilir.

Lot, her bir filtrenin kütlesi 0.3 mg'den az ise kabul edilir.

Haftada bir defa, bir kör (numune yerine 150 mL deiyonize suyu), bir kontrol çözelti (200 mL çalışma referans süspansiyonu (Ş2) okutulur. Kör analizde kütle kaybı 0.3 mg'den az olmalıdır ve referans süspansiyonların MES miktarı 45 ve 55 mg/L arasında olmalıdır. Aksi halde analitik sekans yeniden başlatılır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.5.6. Analiz Maliyeti

6 € ile 10 € arasında

4.6. FENOL İNDEKSİNİN TAYİNİ

4.6.1. Amaç

Sanayi alanlardan veya evlerden çıkan bazı kirleticilere bağlı fenol bileşiklerinin tayini ile insani tüketim amaçlı suların standartlara uygunluğunun denetlenmesi amaçlanmaktadır.

4.6.2. Kapsam

Başka kirlilik parametrelerine bağlı fenol indeksi içeriğinin ölçümü (Kimyasal Oksijen İhtiyacı-COD, Toplam Kjeldahl Azotu-TKN, Askıdaki Katı Madde-AKM) ile evsel atık sularında bir kirliliğin olup olmadığını ve içme amaçlı kullanılması düşünülen sulara uygulanan işlemlerin etkili olup olmadığını göstermesi açısından önemlidir.

4.6.3 Standartlar

Fenol indeksinin tayini (TS 6227 ISO 6439)

4.6.4. Prensip

Fenoller, bakır sülfat, ortofosforik asit (pH< 1.5) ve sodyum klorür varlığında damıtma ile ayrılırlar. Numune, pH 9.1'e getirilir, ardından potasyum ferrisiyanür varlığında amino-4-antipirin ile tepkimeye sokulur.

Renkli kompleks (kloroformla ekstrakte edilmiş), 460 nm'de spektrofotometre ile ölçülür.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler taşıma süresince 4 °C - 6 °C arasındaki sıcaklıkta soğutulmuş , bakır sülfat varlığında (yaklaşık 1 g/L) ve fosforik asit (pH < 4) ortamında kapalı bir alanda ışıktan uzak olarak muhafaza edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

0.025 -0.5 mg/L fenol kalibrasyon eğrisinden ölçüm yapılır.

Analiz

Reaktifler: (Reaktiflerin konsantrasyonu, hazırlanacak kimyasalın formül yapısı ve kullanım süreleri verilmeli)

- Sodyum klorür (analitik saflıkta)
- Kloroform (analitik saflıkta)
- Minimum % 85'lik fosforik asit
- 100 g/L'de bakır sülfat çözeltisi
- Tampon çözelti: Aşağıdaki kimyasal bileşiklerden ve bileşimden oluşur
- 34g amonyum klorür (analitik saflıkta)
- 200g potasyum sodyum tartarat
- 15 mL amonyum hidroksit (analitik saflıkta) 700 mL suda çözünür, 1000 mL'ye tamamlanır ve amonyum hidroksit ilave ederek pH, 9.5'e ayarlanır.
- Potasyum ferrosiyanür, 20 g/L'lik çözeltisi
- Amino-4 antipirin, 20 g/L çözeltisi

Uygulama

500 mL numune alınır ve pH'ı 1.5'e ayarlandıktan sonra 1 mL bakır sülfat ilave edilir ve destilasyon yapılır.

Destile edilmiş numune üzerine;

- 10 mL, pH 9.5 tampon çözelti ilave edilir
- 2 mL amino-4 antipirin çözeltisi ilave edilir.
- 2 mL potasyum ferrisiyanür ilave edilir
- 5 dakika beklenir daha sonra,

Sırasıyla 5 mL, 3 mL ve 2 mL kloroform ilave edilerek çalkalanır.

Bu metotla 0.025 mg/L ile 0.5 mg/L aralığında fenol ölçülebilmektedir. Bu aralıkta bir çalışma standart serisi hazırlanarak aynı işlemler yapılır ve 460 nm'de spektrofotometre ile ölçüm yapılır.

Kör deneyi yapılır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilmektedir.

4.6.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Bu yöntem, 0,025-0,5mg/L aralığında fenol tayininde kullanılmaktadır.	Referans standardı - TS 6227 ISO 6439
Muhafaza -Cam şişede muhafaza edilmelidir. -1g/L bakır sülfat ilave edilir ve asitlik pH < 4 olacak şekilde ayarlanır.	Analiz öncesi muhafaza süresi -4° C – 6 °C arasındaki sıcaklıkta muhafaza edilir. -Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'de soğutulmuş araçlarla taşınır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 4°C-6°C arasındaki sıcaklıkta soğuk odada muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı 0.025 mg/L Fenol	Sonuçların ifade edilmesi mg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiptir (Bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

- 0.1 mg'lik hassasiyete terazi
- Damıtma cihazı
- Küçük kapaklı şişe
- UV Spektrofotometre
- 10 veya 50 mm'lik kuvars küvet

5 Kontrol

Kör analiz yapılır.

Damıtma ile fenollerin düzgün alınımın kontrolü sağlanır.

6 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L fenol olarak ifade edilir.

7 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.6.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arası

4.7. TAM FOSFOR TAYİNİ

4.7.1. Amaç

Bu inceleme ile, tarım ve sanayi alanlarından veya evlerden çıkan bazı hava kirletici indikatörleri ve zehirli organik maddeleri ve miktarlarının insani tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlanmaktadır.

4.7.2. Kapsam

Başka indikatörlere bağlı toplam fosfor içeriği ölçümü (DCO, NTK, MES, ...), evden gelen kullanılmış sularla, içme suyu üretimi için kullanılan brüt suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.7.3. Standartlar

Tam fosfor tayini (EN 1189)

4.7.4. Prensip

Fosforun deęişik şekilleri (organik fosfor, polifosfat) ortofosfata dönüştürülür ve ortofosfat olarak spektrofotometrik bir metot ile incelenir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen veya cam şişelere alınır ve H₂SO₄ ile asitlendirilir (100 mL numune-ye 4.5 mol/L sülfürik asitten 1mL'e ilave edilir).

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soęutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doęrulama

Kalibrasyon metodu:

Kalibrasyon eğrisi 0.05 mg/L – 2 mg/L ortofosfat konsantrasyon aralığında çizilir.

Tribütilfosfat olarak organik bileşiklerde bulunan fosfor ile mineralleşmenin etkinlięi kontrol edilir.

Analiz

Mineralleşme

Mineralleşme bloęu üzerinde 10 dakika boyunca % 10'luk HCl ile kaynamayı düzenleyen boncuklar ve kuvars tüpler yıkanır (250-260°C'de sabit sıcaklıkta).

-10 dakika soęutulur

-Tüpler deiyonize su ile yıkanır.

Kuvars tüplere maksimum 40 mL'e numune alınır (numune hacmi ve konsantrasyona göre ayarlanır).

Asitli bürüt sular ve asitli olmayan bürüt suların pH'ı 4.5 mol/L, 0.5 mL sülfürik asit ile 1'e ayarlanır.

4 mL potasyum peroksodisülfat çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır.

Çeker ocaęa yerleştirilir.

Mineralleşme için, 40 mL deiyonize su kör ve 1g/L PO₄ kontrol çözeltisi olarak okutulur.

1 saat boyunca yaklaşık 250-260°C kaynatılır.

Dikkat: Numune hacmi düzenli olarak kontrol edilir, hacim en az 25 mL' e olmalıdır.

Tümü 100 mL'lik bir şişe içerisinde konur ve deiyonize su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Ortofosfat standardına göre fosfat tayini yapılır.

Ortofosfatların Analizi

Reaktiflerin hazırlanması:

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6): 100 mL deiyonize su içerisinde 10 g askorbik asit çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8):

Cözelti A: 50 mL deiyonize su içerisinde 6.5 g amonyum tetrahidratheptamolibdat çözülür.

Cözelti B: 50 mL deiyonize su içerisinde 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu çözülür.

1/2'ye seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'ye A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu çözelti 2 ay boyunca kararlıdır.

- NA Tiyosülfat: 100 mL deiyonize su içerisinde 1,20 g Na pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g karbonat anhidrat (muhafazacı) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta boyunca kararlıdır.
- Asit Molibdat II: bkz. Standart 3.1.8 paragrafı
- Analiz edilecek numuneden 5 mL alınır, üzerine 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir. Çalkalanır, mavi rengin oluşması için 10 ve 30 dakika arasında karanlıkta dinlenmeye bırakılır ve 880 nm'de okunur.

Kalibrasyon eğrisi, 1 g/L PO₄ ana stok çözümden hazırlanan 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L derişimdeki kalibrasyon çözümleri ile çizilir.

Not 1:

Arsenik varlığında: Analiz edilecek 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve ardından 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10-30 dakika sonra okuma yapılır. Sonra aynı koşullarda bir kalibrasyon yapılır. Numunelerde önemli miktarlarda As (V)'e nadiren rastlanır. Zehirlenme durumlarında veya arsenik tayini istendiğinde yukardaki işlem uygulanır.

Not 2:

Eğer numune renkli veya bozuk ise, bir kurtarma denemesi gerçekleştirilir: 5 mL numune ve 375 µL kurtarma reaktifi eklenir. (NF EN 1189 normunun 3-1-9).

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L P olarak ifade edilir

4.7.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Düzeltme

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1. Yöntem

Uygulama alanı Analiz, EN 1189, standardına göre yapılır (potasyum persülfatı ile mineralleşme).	Referans standartları - EN 1189 - Diğer metod: ICP/AES EN ISO 11885 normuna göre
Muhafaza - Polietilen veya cam şişelerde muhafaza edilir. - H ₂ SO ₄ (pH< 2) ile asitlendirme yapılır.	Analiz öncesi muhafaza süresi - 4° C – 6 °C’de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör analiz yapılır.
Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C’ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C’e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.05 mg/L P	Sonuçların ifade edilmesi mg/L P

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiptir (Bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- 0.1 mg’lik hassasiyette terazi
- Kuvars tüpler
- Kaynamayı düzenleyen cam boncuklar
- Mineralleşme blokları
- Boşta pompa ile asit dumanlarının emme cihazı
- 100mL beher

- 100mL'lik şişe
- Spektrofotometre
- 10 ve 50 mm kuvars küvet

Reaktifler

Tüm reaktifler seyreltilebilir nitelikte olmalıdır.

- %10'luk hidroklorik asit çözeltisi ($\rho= 1.12 \text{ g/mL}$)
- Sülfürik asit ($\rho= 1.84 \text{ g/mL}$)

9 mo/L , 4.5 mol/L ve 2mol/L çözeltiler hazırlanır.

- 2 mol/L sodyum hidroksit

Suda 40 g NaOH çözülür, soğutulur ve demineralize su 500 mL'ye tamamlanır.

- Askorbik asit (cf. norm).
- Asit molibdat, çözelti II (cf. norm).
- Pentahidrat sodyum tiyosülfat çözeltisi (cf. norm).
- Potasyum peroksidisülfat (cf. norm).
- 1 g/L'e fosfat standart çözeltisi

5 Uygulama

Mineralleşme bloğu üzerinde 10 dakika boyunca % 10 HCl ile kaynamayı düzenleyen cam boncuklar ve kuvars tüpler yıkanır (250-260°C'de sabit sıcaklıkta).

10 dakika soğutulur

Tüpler deiyonize suda yıkanır

Çeker ocakta;

Kuvars tüplere maksimum 40 mL numune konulur (numune hacmi konsantrasyona göre ayarlanır)

Asitli brüt sular ve asitli olmayan brüt suların pH'ı 1 olacak şekilde 0.5 mL, 4.5 mol/L sülfürik asit ilave edilir.

4 mL potasyum peroksidisülfat çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır.

Mineralleşme için, 40 mL deiyonize su ile bir kör ve 1g/L PO_4 çözeltisinden hazırlanan 1 mg/L kontrol çözeltisi ölçülür.

1 saat boyunca yaklaşık 250-260°C'de kaynatılır.

Dikkat: Numune hacmi düzenli olarak kontrol edilir, hacim en az 25 mL olmalıdır.

Mineral 100 mL'lik bir beher içerisinde olmalıdır.

Tümü 100 mL'lik bir balon jøjeye aktarılır ve 100 mL'ye tamamlanır.

Fosfat tayini Ortofosfat standardına göre yapılır.

Ortofosfatların Analizi

Reaktiflerin hazırlanması:

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6): 100 mL deiyonize su içerisinde 10 g askorbik asit çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8):

Cözelti A: 50 mL deiyonize su içerisinde 6.5 g amonyum tetrahidratheptamolibdat çözülür.

Cözelti B: 50 mL deiyonize su içerisinde 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu çözülür.

1/2'ye seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'ye A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu çözelti 2 ay boyunca kararlıdır.

- NA Tiyosülfat: 100 mL deiyonize su içerisinde 1,20 g Na pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g karbonat anhidrat (muhafazacı) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta boyunca kararlıdır.
- Asit Molibdat II: bkz. Standart 3.1.8 paragrafı
- Analiz edilecek numuneden 5 mL alınır, üzerine 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir. Çalkalanır, mavi rengin oluşması için 10 ve 30 dakika arasında karanlıkta dinlenmeye bırakılır ve 880 nm'de okunur.

Kalibrasyon eğrisi, 1 g/L PO₄ ana stok çözeltiden hazırlanan 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L derişimdeki kalibrasyon çözeltileri ile çizilir.

Not 1:

Arsenik varlığında: Analiz edilecek 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve ardından 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10-30 dakika sonra okuma yapılır. Sonra aynı koşullarda bir kalibrasyon yapılır. Numunelerde önemli miktarlarda As (V)'e nadiren rastlanır. Zehirlenme durumlarında veya arsenik tayini istendiğinde yukardaki işlemler uygulanır).

Not 2:

Eğer numune renkli veya bozuk ise, bir kurtarma denemesi gerçekleştirilir: 5 mL numune ve 375 µL kurtarma reaktifi eklenir. (NF EN 1189 normunun 3-1-9).

6 Kontrol

Körün P değeri 0.05 mg/L geçmemelidir.

Tribütilfosfat gibi organik bileşiklerde bulunan fosfor ile mineralleşmenin etkinliği kontrol edilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L P olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.7.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arasında

4.8. ORTOFOSFATLARIN TAYİNİ

4.8.1. Amaç

Bu inceleme ile, tarım ve sanayi alanlarından veya evlerden çıkan ortofosfat gibi bazı hava kirletici indikatörleri ve bu iyonların miktarlarının insani tüketim amaçlı sularda uygun olup olmadığını denetlemeyi amaçlanmaktadır.

4.8.2. Kapsam

Başka indikatörlere bağlı ortofosfatların içeriğinin ölçümü (DCO, NTK, MES, ...) ile evlerden gelen kullanılmış sularla, içme suyu üretimi için kullanılan brüt suların enfeksiyon kaynaklarını tanımlamayı kapsamaktadır.

4.8.3. Standartlar

Ortofosfatların tayini (EN 1189)

4.8.4. Prensip

Ortofosfatlar amonyum molibdat ile fosfomolibdik bir kompleks oluşturur ve bir spektrofotometrik metot ile analiz edilir.

Numune alma ve hazırlanması

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon metodu:

Kalibrasyon eğrisi 0.05 mg/L – 2 mg/L ortofosfat konsantrasyon aralığında çizilir.

Analiz

Reaktiflerin hazırlanması:

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6): 100 mL deiyonize su içerisinde 10 g askorbik asit çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8)

Cözelti A: 50 mL deiyonize su içerisinde 6.5 g amonyum tetrahidratheptamolibdat çözülür.

Cözelti B: 50 mL deiyonize su içerisinde 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu çözülür.

1/2'ye seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'ye A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu çözelti 2 ay boyunca kararlıdır.

- NA Tiyosülfat: 100 mL deiyonize su içerisinde 1,20 g Na pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g karbonat anhidrat (muhafaza amacı ile) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta boyunca kararlıdır.
- Asit Molibdat II: bkz. Standart 3.1.8 paragrafı
- Analiz edilecek numuneden 5 mL alınır, üzerine 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir. Çalkalanır, mavi rengin oluşması için 10 ve 30 dakika arasında karanlıkta dinlenmeye bırakılır ve 880 nm'de okunur.

Kalibrasyon eğrisi, 1 g/L PO₄ ana stok çözeltiden hazırlanan 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L derişimdeki kalibrasyon çözeltileri ile çizilir.

Not 1:

Arsenik varlığında: Analiz edilecek 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve ardından 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10-30 dakika sonra okuma yapılır. Sonra aynı koşullarda bir kalibrasyon yapılır. Numunelerde önemli miktarlarda As (V)'e nadiren rastlanır. Zehirlenme durumlarında veya arsenik tayini istendiğinde yukardaki işlemler uygulanır.

Not 2:

Eğer numune renkli veya bozuk ise, bir kurtarma denemesi gerçekleştirilir: 5 mL numune ve 375 µL kurtarma reaktifi eklenir. (NF EN 1189 normunun 3-1-9).

4.8.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Düzeltme

Düzeltme: basitleştirilmiş yazı

1 Yöntem

Uygulama alanı Bu yöntem, sulara 0,1 mg/L'den yüksek ortofosfatların tayininde uygulanır.	Referans standartları -EN 1189
Muhafaza - Polietilen veya camdan şişelerde muhafaza edilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör analiz yapılır.
Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4° C – 6 °C'e arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.1 mg/L PO ₄	Sonuçların ifade edilmesi mg/L PO ₄

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (Bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- 0.1 mg'lik hassasiyette terazi
- Kuvars tüpler
- Kaynamayı düzenleyen cam boncuklar
- 100mL beher
- 100mL'lik şişeler
- Spektrofotometre

- 10 ve 50 mm kuvars küvet

Reaktifler

Tüm reaktifler seyreltilebilir nitelikte olmalıdır.

Reaktiflerin hazırlanması:

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6): 100 mL deiyonize su içerisinde 10 g askorbik asit çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8)

Cözelti A: 50 mL deiyonize su içerisinde 6.5 g amonyum tetrahidratheptamolibdat çözülür.

Cözelti B: 50 mL deiyonize su içerisinde 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu çözülür.

1/2'ye seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'ye A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu çözelti 2 ay boyunca kararlıdır.

- NA Tiyosülfat: 100 mL deiyonize su içerisinde 1,20 g Na pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g karbonat anhidrat (muhafaza amacı ile) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta boyunca kararlıdır.
- Asit Molibdat II: bkz. Standart 3.1.8 paragrafı
- Analiz edilecek numuneden 5 mL alınır, üzerine 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir. Çalkalanır, mavi rengin oluşması için 10 ve 30 dakika arasında karanlıkta dinlenmeye bırakılır ve 880 nm'de okunur.

Kalibrasyon eğrisi, 1 g/L PO₄ ana stok çözümden hazırlanan 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L derişimdeki kalibrasyon çözümleri ile çizilir.

Not 1:

Arsenik varlığında: Analiz edilecek 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve ardından 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10-30 dakika sonra okuma yapılır. Sonra aynı koşullarda bir kalibrasyon yapılır. Numunelerde önemli miktarlarda As (V)'e nadiren rastlanır. Zehirlenme durumlarında veya arsenik tayini istendiğinde yukardaki işlemler uygulanır).

Not 2:

Eğer numune renkli veya bozuk ise, bir kurtarma denemesi gerçekleştirilir: 5 mL numune ve 375 µL kurtarma reaktifi eklenir. (NF EN 1189 normunun 3-1-9).

6. Kontrol

Kör analizde PO₄ değeri 0,02 mg/L'yi olarak geçmemelidir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L PO₄ olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

4.8.6. Analiz Maliyeti

8 € ile 15 € arasında

4.9. SİLİS

Silis tayini için iki metot kullanılır.

-**EN ISO 16264** : Fotometrik yöntem (FIA ve CFA) ile silikat tayini

FIA metodu : Numune bir enjeksiyon vanası ile bir su vektörü akıntısına enjekte edilir. Numuneye heptamolibdat asit çözeltisi ilave edilir ve numunedeki fosfat ve silikatlarla reaksiyonu sonunda fosfomolibdik asit ve silikomolibdat oluşur. Silikomolibdat, kalay (II) klorür çözeltisi ile etkileşmesi sonunda molibden mavisi oluşur. Sonuç, mg/L'e SiO₂ olarak ifade edilir.

Kalibrasyon alanı 0.2 mg/L ve 20 mg/L arasındadır.

CFA metodu : Numune bir enjeksiyon vanası ile bir su vektörü akıntısına enjekte edilir. Numuneye heptamolibdat asit çözeltisi ilave edilir ve numunedeki fosfat ve silikatlarla reaksiyonu sonunda fosfomolibdik asit ve silikomolibdat oluşur. Silikomolibdat, bir askorbik asit yardımıyla molibden mavisi haline gelir. Sonuç, mg/L'e SiO₂ olarak ifade edilir.

Kalibrasyon alanı 0.2 mg/L ve 20 mg/L arasındadır.

-**EN ISO 11885** : Plazma emisyon spektrometresi ile silisyum tayini

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler plastik şişelere alınır ve göz açıklığı 0.45 µm'lik membran filtre ile süzülür. Numuneler 5°C ± 2°C'de muhafaza edilir ve 24 saat içerisinde analiz edilmelidir.

4.9.1. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arasında

4.10.Zn: Çinko

(Bknz. 2.17)

5. BÖLÜM

KALİTE UYGULAMASI / AKREDİTASYON

TS EN ISO 17025 referans standardı uyarınca akreditasyon uygulamasının oluşturulması ve geliştirilmesi

1. NEDEN

1998 tarihli İçme Suları ile ilgili Avrupa Direktifi, her üye devletteki laboratuvarların, zaman zaman Sağlık Bakanlığı tarafından kabul edilmiş bağımsız bir kuruluş tarafından kontrol edilen bir kalite yönetim ve kalite gözetim sistemine sahip olmalarını öngörmektedir.

Fransa’da, Sağlık Bakanlığı sağlık kontrolü analizleri gerçekleştiren laboratuvarların akredite olmaları gerektiğine karar vermiştir.

Akreditasyon, laboratuvarların bazı analizleri gerçekleştirmelerindeki yeterliliklerinin bağımsız harici bir kuruluş tarafından tanınmasıdır.

Fransa’da, COFRAC tanınmış bağımsız bir akreditasyon kuruluşu olup Türkiye’deki dengi “European Accreditation” a da (Avrupa Akreditasyon Birliği) üye olan TÜRKAK’tır.

Bu kuruluşlar devletten bağımsızdır ancak diğer Avrupa kuruluşları ile bu kuruluşların Avrupa çapında tanınmaları için Avrupa Akreditasyon Birliği’ne üye olmaları gerekir.

2. ÖNEM

Akreditasyon uygulamasının gerçekleştirilmesi, laboratuvarın müşterileri nezdinde yeterliliklerinin ve yeterliliklerinin kabul görmesini sağlamaktadır. Bu uygulama laboratuvar sonuçlarının kalitesinin (güvenilirliğinin) sağlanmasında yararlıdır.

Bu uygulama bir kalite yönetimini beraberinde getirmektedir; öncelikli olarak organizasyonel açıdan yönetime ilişkin şartlar ve özellikle laboratuvar tarafından verilen sonuçların güvenilirliğini sağlayan teknik şartları da içermektedir. Akreditasyonun önemi : laboratuvarın etkinliğinin artırılması, personelin sorumluluklarının ve motivasyonunun artırılması ama aynı zamanda diğer ulusal veya uluslararası laboratuvarlar nezdinde tanınmasıdır.

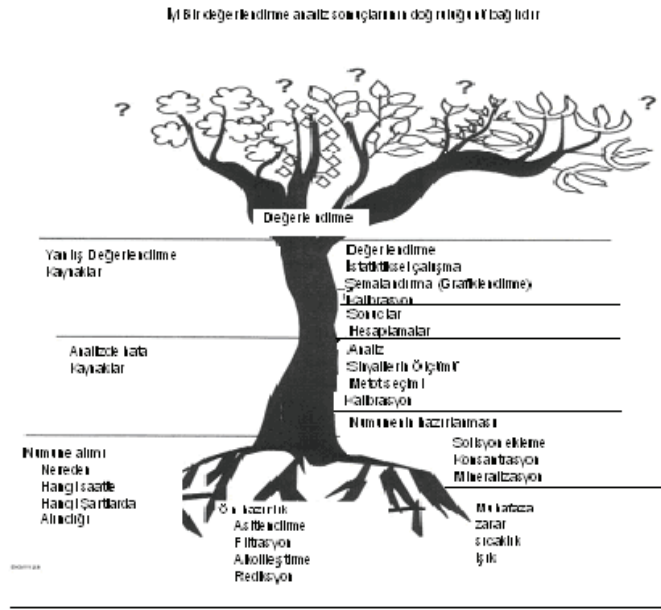
Akredite laboratuvarlar tarafından verilen sonuçlar, üzerinde karşılaştırma ve yorum yapılmasını sağlamaktadır ki bunların yapılması da şarttır (özellikle farklı bölgelerdeki suyun sağlık kalitesi karşılaştırılmak istenildiğinde ve sağlık kontrolü analizlerinde).

Akreditasyon uygulamaları sürekli iyileştirme süreçleri içerisinde olunmasını sağlamaktadır ki bu da laboratuvar uygulamalarının düzenli olarak sorgulanmasına olanak vermektedir.

Laboratuvar sonuçlarına ve sonuçlar üzerindeki hata nedenlerine bakıldığında, hataların çok sayıda olabileceği görülmektedir (*Çizim 1*).

- Numune alma esnasındaki hatalar: numunenin bütünü temsil edebilmesi, numune alma şişeleri, alınacak tedbirler, numunenin sahada hazırlanması,
- Laboratuvar aşamasındaki hatalar: numunenin hazırlanmasındaki hatalar, miktarın/dozun belirlenmesinde yapılan hatalar.

Çizim 1'de görüldüğü üzere, en fazla hata örneklemeden kaynaklanmaktadır. Hedef, analizin amacına uygun temsili bir numune elde edilmesidir.



Çizim 1: Numunenin alınmasından sonuçların teslim edilmesine kadar olabilecek hataların

nedenleri

Çizimde örnekleme köklerle gösterilmiştir, bu analitik zincirin bütün temelini oluşturmaktadır. İyi bir değerlendirme analiz sonuçlarının doğruluğuna bağlıdır. Hata kaynakları;

1. Numune alımı (nereden, hangi saatte, hangi şartlarda);
 - Ön hazırlık (Asitlendime, filtrasyon, alkalileştirme, redüksiyon)
 - Muhafaza (Zaman, sıcaklık, ışık)
2. Analizde hata kaynakları;
 - Numunenin hazırlanması (Solüsyon ekleme, konsantrasyon, mineralizasyon)
 - Analiz (Metot seçimi, sinyallerin ölçümü, kalibrasyon)

3. Değerlendirme Kaynakları;

-Değerlendirme (İstatistiksel çalışma, grafikleme, korelasyon)

-Sonuçlar (Hesaplamalar)

Dolayısıyla laboratuvarın numunenin, doğru ve hatasız bir sonuç verene kadar bütün döngüsüne hakim olması şarttır. Bunun için, örnekleme ve numune alma işlemlerine hakim olunması gerekmektedir. Laboratuvar teslim aldığı numunenin bütün tarihçesini ve tabi tuttuğu numune alma koşullarını bilmelidir.

Fransa’da, numuneleri çoğunlukla laboratuvar almaktadır ancak bazı bölgelerde, numune alma işlemlerini bağımsız kuruluşlar yapmaktadır ve bunlar da akredite kuruluşlardır. Akredite olmuş bir kuruluş güven sağlar ve kendi hatalarını kendisi bulabilir.

Bu konuda uluslararası düzeyde referans standart, EN ISO 17025 standardıdır (Ülkemizde de TS tarafından yayınlanmıştır):

« Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının

Yeterliliği için Genel Şartlar”

Bu standart iki şartı kapsamaktadır:

- Yönetim şartları,
- Teknik şartlar.

Kalite güvencesini ve global akreditasyonun oluşturulması için, laboratuvar kendine şu soruları sormalıdır:

- Organizasyonum etkin mi?
- Yerleşim, çevre koşulları ve mekanlar tatmin edici mi?
- Personel yetkin mi?
- Numunelerin teslim alınması, muhafazası ve numunelerin hazırlanması işlemlerine hakim olunuyor mu?
- Kullanılan cihaz, materyaller ve reaktifler yeterli mi?
- Kullanılan yöntemler uygun ve geçerli, onaylanmış (validasyon) yöntemler mi?
- Sonuçlar ne şekilde yorumlanıyor ve nasıl iletiliyor?

3. TS EN ISO 17025 STANDARDININ ŞARTLARI

3.1. Yönetime İlişkin Şartlar

Bu şartlar **ISO 9001 referans standardı** gereği kalite yönetim sistemiyle ilgilidir.

Birinci hedef kendi kendimize – planla, yap, kaydet ve sapmalar veya uygunsuzluklar tespit edildiğinde harekete geç – şeklinde düşünerek «**yaptığını yaz ve yazdığını yap**”tır.

Bu süreçler sürekli iyileşme sürecine dayanmaktadır.

Akreditasyonun şartlarından biri de laboratuvarın tarafsızlığını kanıtlaması ve müşterileriyle olası çıkar çatışması içinde olmadığını ortaya koymasındır.

Kalite yönetim sisteminin en uygun şekilde yürütülmesi için, laboratuvara bir kalite sorumlusu atanmalıdır. Bu kişinin başlıca sorumlulukları şunlardır:

- ✓ Kalite sisteminin genel organizasyonunu yapmak,
- ✓ İzleme, organizasyon ve yazılmış çeşitli dökümanları yayımlamak,
- ✓ Sistemin gelişimi hakkında yönetime bilgi vermek,
- ✓ Kalite yönetim sistemi konusunda çalışanları eğitmek,
- ✓ TS EN ISO 17025 gereklilikleri doğrultusunda yasal düzenlemeleri izlemek,
- ✓ Gerekliliklerin laboratuvarda uygulanıp uygulanmadıklarını kontrol etmek

Laboratuvarın kalite sorumlusu, kalite yönetim sisteminin oluşturulmasında önemlidir. Çok çalışkan olmalı, yönetim ve bütün personelle iletişim kurabilmelidir , aynı zamanda laboratuvarın organizasyonunu da çok iyi bilmeli ve yapılan değişiklikleri her an izleyebilmelidir.

Dökümanların yapılandırılması , Kurum ve Kalite Sorumlusu tarafından hazırlanan genel dökümanlardan (Prosedürler ve Kalite El Kitabı), uygulayıcılar tarafından hazırlanan çok daha ayrıntılı dökümanlara doğru giden bir döküman piramidi şeklinde organize edilmektedir.

Kalite el kitabının yazımı ve kalite yönetimi sisteminin organizasyonu süresince, çok sayıda dökümanın hazırlanması gerekmektedir (kaliteyle ilgili el kitabında geçen dökümanların listesine bkz.):

Dört çeşit döküman hazırlanmalıdır:

1. **«Yöntem»** içerikli dökümanlar: örneğin; personelin belirli bir yöntemle bir parametreyi inceleyebilecek niteliğe sahip olup olmadığı. Yöntem hakkında bilgi vermeye yönelik olan bazı sorular üzerinde düşünülmelidir: kim, ne yapar, neden, hangi malzemeyle, kayıt nasıl yapılır?
2. **«Metodoloji»** tarzındaki dökümanlar: örneğin; incelemenin gerçekleştirilmesi talimatı veya analiz talimatı;
3. **«Kayıt»** dökümanları; gerçekleştirilen işlemlerin izlenebilirliği hakkında,
4. **Basit kayıt** dökümanları.

Dökümanların yönetimi çok önemlidir. Sistemin ve organizasyonun iyi çalışması amaçlanmalıdır. Her doküman kodlanmalı, dolaşımı belirlenmeli ve imzalanmalıdır. Belgelerin alıcılarının da listede yer alması gerekmektedir.

En genel kapsamlı belge **Kalite El Kitabı**'dır. Kalite el kitabı, incelemelerin kalitesinin sağlanmasına yönelik olarak ve laboratuvarların genel ekipmanlar için almış oldukları tedbirler hakkında bilgi verir. Çifte amacı vardır: laboratuvarın genel organizasyonunu tanımlamak, yönetimin genel işleyiş kurallarını sıralamak ve organizasyona ilişkin net bir görüntü sunmaktır.

Kalite el kitabı genelde 10 bölümden oluşmaktadır (ek 5):

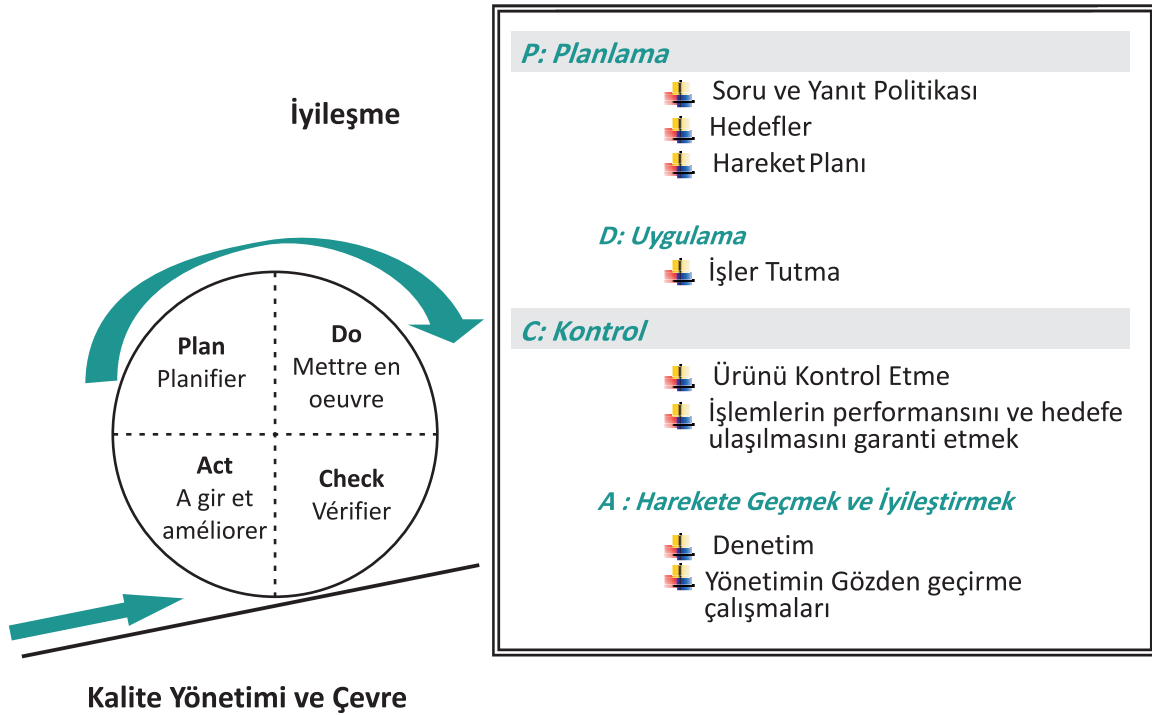
İlk 4 bölüm planlamaya ilişkindir.

Takip eden bölümler personel, satın alma ve malzemeye ilişkindir.

Sonraki 4 bölüm laboratuvarında numunenin işlenmesi ve yerleşik yöntemler ile ilgilidir.

Son bölümler ise uygunsuzlukların giderilmesine, denetim yöntemlerine ve yönetimin kontrolüne ayrılmıştır.

Çizimde gösterildiği gibi, Kalite el kitabı “Demming” Çemberine göre organize edilmektedir.



Çizim : Demming Çemberi

Bölüm 1'de laboratuvarın tanıtımı yer almakta olup, organizasyon şemasını, çalışanların görev tanımlarını ve kalite el kitabının yapısını ve uygulama alanlarını tanımlamaktadır.

Bu bölümde yönetimin onayıyla yayınlanan laboratuvarın kalite politikasının beyanatının olması gerekmektedir. Yönetimin doğru mesleki uygulamaların mevcudiyetini ve müşterilerine sunduğu deneylerin kalitesine ilişkin taahhüdünü içermelidir. Laboratuvar yönetiminin sağladığı hizmet ile ilgili olarak, kalibrasyon ve diğer aktiviteleri uygulayan personelin, yönetimin kalite politikasına uyma bilinci ile hareket ettiğini ve yönetimin TS EN ISO 17025 standardına uyacağını içeren bir beyanat olmalıdır.

Bölüm 2, laboratuvarın müşterilerine yönelik taahhüdünü tanımlamaktadır. Bu belge laboratuvarın taahhütlerine ilişkin kontrat olarak kabul edilmelidir. Su inceleme

laboratuvarların onaylama referansına göre düzenlenmelidir. Örneğin, Fransa'da bu programlar 100-1, 100-2 ve 100-3 inceleme yöntemlerini ve özel şartları tanımlamaktadır.

Bu dökümanda, numunelerin incelemeye alınmasına ve sonuçların verilmesine ilişkin kavramlar yer almalıdır. Bu döküman çok önemlidir, çünkü sağlık kontrolü için burada müşteri devlettir ve inceleme kriterlerini, hangi sıklıkla yapılması gerektiğini, inceleme yöntemlerini ve en önemlisi numunelere ilişkin uyulması gereken şartları çok net bir şekilde belirtmiştir.

Numunenin alınmasına ilişkin bir yöntem olmalı ve burada numune alımının şartları ve koşulları yer almalıdır. Laboratuvar tarafından sağlanan numune kabı ve numune alma yöntemi hakkında bilgiye de burada yer verilmelidir. Bu nokta son derece önemlidir çünkü kontrol laboratuvar ve müşterisi için kabul edilebilir olmalıdır. Laboratuvarın numune alma işlemine ilişkin gerekli tedbirleri almış olması çok önemlidir, özellikle kullanılacak şişeleme türü, taşıma süreleri ile ilgili sınırlamalar kendisinin iyi bir inceleme sonucu almasını sağlar. Bu noktalar son derece önemli olup detaylandırılmalı ve numune alma işlemi gerçekleştiren kişiler ile belirlenmelidir.

Bölüm 4 personele ilişkindir. Personel belirli bir niteliklere sahip olmalı ve kalite el kitabında personelin niteliğinin belirlenmesine ilişkin yöntemler tanımlanmış olmalıdır. Farklı görevler için detaylı bir tanımın yapılması gereklidir.

Her personel görevlerinin tam listesini, sorumluluklarını ve niteliklerini bilmelidir. Her personel için yeterlilikler, eğitim ve sorumluluk derecelerinin belirlenmesi gerekmektedir. Yetkinlikler kişilerin yeteneklerine göre belirlenmeli ve her süreç için yetkilendirilmiş olan personelin listesinin bilinmesi gerekmektedir (numunelerin alımı, farklı analitik tekniklerin uygulanması, yıkama, sonuçların toplanması ve onaylanması, malzeme ve reaktiflerin siparişi, imza sirkülerinin yayımlanması gibi)

Yetkinlik ile hiyerarşi arasında bağlantı yoktur, çünkü yönetimde yer alan kişiler personelin gerçekleştirdiği tüm işlemleri bilmeli ve böylelikle hataları tespit edebilmeli ve laboratuvarında aynı iş için birden fazla yetkilendirilmiş personelinin olması, laboratuvarın normal bir işleyiş içerisinde olabildiğini temin eder.

Laboratuvara alınan her yeni personel yetkin olmalı ve yetkin kılma yönteminin de yazılı olarak düzenlenmiş olması gerekir: göreve alınan kişinin adı, kendisini kimin eğiteceği ve yetkinlik programının belirlenmesi (örneğin: incelemenin yetkilendirilmiş birisi ile ikili olarak yapılması), yetkinlik çalışmasında alınacak kararlara esas teşkil edecek kriterler kayıt edilmiştir.

Farklı yetkinlik işlemlerinin kayıtlarının tutulması, eğitimi gerçekleştiren ve yetkin kılınan kişi tarafından imzalanması gerekmektedir.

Laboratuvar personeli sürekli olarak eğitilmeli ve becerilerinin tekrar gözden geçirilmesi ve laboratuvarlar arasında deneylere katılması kesinlikle şarttır.

Laboratuvarlar arası karşılaştırma testlerinin ulusal düzeyde organize edilmesi gerekir. Bu deneyler bağımsız bir kuruluş tarafından gerçekleştirilmelidir. Laboratuvarlara numunelerin

gönderilmesi ve sonuçların değerlendirileceği istatistikî sonuçların iletimliyle de bu kuruluş sorumludur.

Takip eden bölümler satın alma ile ilgilidir. Tedarikçilerin seçimi ile ilgili yöntemler tanımlanmış olmalıdır. Teknik özelliklerin belirtilmesi ve özellikle de bazı malzemelere ilişkin koşullar (tüpler, teraziler...) ve reaktiflerin saflık dereceleri açık ve ayrıntılı şekilde belirtilmelidir. Malzemeleri sağlayan tedarikçiler de değerlendirilmelidir.

Satın alımları kimin gerçekleştirdiği, hangi kriterleri dikkate alarak alımı gerçekleştirdiği, malzemeleri kimin karşıladığı ve kimin stok yönetiminden sorumlu olduğu ve reaktif takibini yapıp alıma karar verdiği prosedürde belirtilmelidir.

Bu bölümde numune alımlarına ilişkin şişelemeye de değinilmelidir.

Bölüm 8 ise, numune alımı ve inceleme yöntemi ile ilgilidir. Su incelemelerini gerçekleştiren laboratuvarın onaylanmış (Akreditasyon Kurumu tarafından) programı mutlaka olmalı ve uygulanacak olan yöntemlere ilişkin teknik inceleme şartlarını, yapılması gereken sağlık kontrollerinin kriterleri belirtmelidir.

Örneğin Fransa'da, konu ile ilgili detaylı iki programa yer verilmiştir:

1. Fiziksel - kimyasal analizler ile ilgili 100-1 sayılı program,
2. Suların biyolojik ve mikrobiyolojik analizi ile ilgili 100-2 sayılı program ve sulak ortamların biyolojik incelemesi ile ilgili 100-3 sayılı program (Bkz. "Kaynakça").

Bu şartlar son derece önemlidir ve laboratuvar seviyesinde ve uygulamaları gereken normlara bir eşik getirmektedir. Örneğin, kurumda standardizasyona ilişkin yönergenin yayımlanmasını takip eden 9 ay içinde standardize olan tüm yöntemlere uygulanmalıdır. Laboratuvarın kalite sorumlusunun normlara ilişkin gelişimleri takip etmesi gerekir.

Kalite el kitabının 9'uncu bölümü uygunsuzlukların tespiti ve bunlara yönelik önleyici ve düzeltici yöntemler ile ilgilidir. Bu bölümde, uygunsuzluk veya müşterinin iade talebi (örneğin: analiz süresine uyulmaması, sonuçlara itiraz edilmesi) teriminin tanımlanması gerekir. Prosedürde, hangi koşullarda uygunsuzluk talebi yapılması gerektiği, talebi kimin yapacağı ve kayıt edeceği, talebi kimin kabul edeceği, söz konusu uygunsuzluğa ilişkin alınabilecek önleyici ve düzeltici faaliyetlere değinilmelidir.

Laboratuvar içerisinde gelişmelere ilişkin bazı göstergelerin yer alması gerekmektedir. Bu göstergeler örneğin; iade talebi adedi, uygunsuzluk adedi, arızalanan makine sayısı, vb. olabilir.

Son bölüm, denetim ve yönetim ile ilgilidir. Yönetimin gözden geçirilmesi yıllık olarak yapılmalı ve kalite yönetim sorumlusu ile laboratuvar yöneticileri tarafından gerçekleştirilmelidir. Yönetime yeni eğilimlere yönelmeyi ve uygulanmakta olan yöntemlerde iyileştirme olanığının olup olmadığını değerlendirilmesine ve kurallara ne derecede uyulduğuna bakılmasına olanak tanımaktadır.

İç denetimler kalite sisteminin sağlıklı çalışmasının kontrol edilmesi ve hazırlanmış olan dökümanlara ne ölçüde uyulduğunun tespiti için son derece önemlidir. Prosedürde, kimin denetimi yapacağı, nasıl yapılacağı, hangi dökümanlara dayanması gerektiği ve denetim esnasında yapılması gereken işlemler (uygunsuzlukların tespiti vb.) belirlenmelidir.

Önleyici faaliyetler iyileştirme için gerekli olup, uygunsuz işlemlerin tekrarlanmamasını hedeflemektedir (ister teknik düzeyde, ister kalite yönetimine ilişkin olsun). Tüm bu yöntemler için kayıtlar yapılmalıdır (numune ve kimyasal madde kimlik bilgileri, stoklama, muhafaza ile imha teknikleri ve kalite yönetimi).

Kalite yönetimine ilişkin kayıtlar denetçi raporlarını, yönetim incelemelerini ve gerekli önlem girişimlerini içermektedir.

Laboratuvar, gözlem ve ölçümlere ilişkin kayıtların asıllarını saklamalıdır. Teknik gözlemler için, kalibrasyonların, personelin, kalibrasyon cihazlarının kayıtları sayılabilir. Bu kayıtların üzerinde numune alma işinden sorumlu olan kişinin adı ve soyadı, incelemeyi yapan kişinin adı ve soyadı, kalibrasyondan sorumlu kişinin adı ve soyadı ve analizlerin gözlem ve denetiminden sorumlu kişinin adı ve soyadı yer almalıdır.

Son olarak, kalite el kitabında, sonuçların raporlanmasına ilişkin yöntemler de olmalıdır.

Raporlama aşağıda belirtilenleri içermelidir:

- Laboratuvarın ismi ve adresi,
- Müşterinin isim ve adresi,
- Kullanılan yöntemle atıfta bulunulma,
- Numunenin tanımı,
- Numune alım tarihi,
- İncelemelerin yapıldığı tarih ve yer,
- Ölçüm belirsizliği ile birlikte sonuçlar,
- Raporu imzalayan kişinin isim ve unvanı.

3.2. Teknik Şartlar

İlgili öneriler:

3.2.1. Yerleşim ve Çevre Şartları

Laboratuvar yaptığı işin özelliğine göre uygun fiziki ortama sahip olmalıdır: odalar belirli aktivitelere atıf edilmelidir..

Mikrobiyoloji analizlerinde, bulaşmayı engellemek için özellik arz eden tedbirler alınmalıdır:

- Mikrobiyolojik ekim faaliyetinin yapıldığı odaların temiz suyun tütsülenmesinin yapıldığı odalardan ayrılması,

- Laboratuvarın düzenlemesiyle çapraz bulaşmalar kontrol altına alınmalı, temiz suların tütülenmelerinin kullanılmış sulardan ayrıştırılması,
- Normların ve standartların doğru uygulanmasına çevre koşullarının engel teşkil etmemesi gerekir.

Kimyasal analizlerde, çapraz kontaminasyonların engellenmesi için önlem alınması gerekmektedir (dozajlar ve çözelti ayarlamasının iki farklı odada yapılması). Numunelerin kaydı için bir oda tahsis edilmiş olması gerekir.

Laboratuvarda her oda tanımlı, girişleri sınırlandırılmış olmalı ve bu uygulamalar kurallara tabi olmalıdır. Elektrik kaynakları ve oda ısı ile ilgili olarak özellik arz eden tedbirlerin alınmış olması gerekir. Enerji kaynaklarının güvenilir olması da son derece önemli bir husustur ve sıcaklığın sabit tutulması için akım kesintisiz olmalıdır. Örneğin, etüvler için arıza halinde bunun kaydedilmesi ve inceleme sırasında göz önünde bulundurulması gerekir. Aynı şekilde laboratuvar sıcaklık değişimleri önemli boyutta olmamalıdır.

- Temizlik koşulları: bir talimatla tanımlanmalı ve anlatılmalıdır. Laboratuvar, malzeme ve aletlerin temizliği teknik personelin sorumluluğunda gerçekleştirilmeli;
- Özellikle mikrobiyolojide iç kalite kontrollerinin tesis edilmiş olması gerekmektedir. Söz konusu kontroller laboratuvar hava ve yüzeylerinin kontrolünü de kapsamalıdır.

3.2.2. Cihazlara İlişkin Tavsiyeler

Tüm ölçüm cihazlarının etiketi olmalı ve tanımlanabilir olmalıdır. Laboratuvarda kullanılan malzeme gerçekleştirilecek olan çeşitli incelemelere uyarlanabilir olmalıdır. Laboratuvarda tam bir cihaz ve ekipman listesi bulunmalı ve net bir şekilde nerede bulduklarına da yer vermelidir. Her cihaz ve ekipman üzerinde, son kalibrasyon tarihi yer almalı ve bir sonraki kalibrasyon tarihi de belirtilmelidir.

Eğer cihazlar birden fazla parça içeriyor ise her parçanın ayrı bir numarasının bulunması gerekir. Cihazlar 4 ayrı süreçte onaylanmalıdır:

- I. Cihazın teknik özelliklerinin kontrolü, laboratuvarın teknik özellik arz eden kontrollerine uyup uymadığı kontrol edilmeli,
- II. Kurulum sırasında niteliğinin ve kurulum parametrelerinin onayı,
- III. Operasyonel açıdan niteliğinin ve doğru işlediğinin kontrolü,
- IV. Performans niteliğinin laboratuvar kullanım koşullarında kontrol edilmesi gerekir.

Her cihazın bir dosyasının bulunması ve içeriğinde de en az iki kayıttan oluşan bilgilerin yer alması gerekmektedir:

- Cihazın tanıtımını ve anlatımını içeren kart (*Ek1*), cihaz ismini, tedarikçisini, alım tarihini, içerecek şekilde...
- Cihazın takip kartı (*Ek2*), cihazın geçirmiş olduğu tüm bakım ve onarım tarihçesini içerir şekilde,
- Her cihaz için tedbir olarak bakım planı olmalı,
- Laboratuvar cihaz listesinin yapılması ve sorumlusunun atanmış olması,

- Cihazın iyi çalışır olduğuna ilişkin göstergeler seçilmeli, tespit edilmeli ve kayıt edilmedir,
- Cihazların periyodik kontrolünün yapılması gerekir,
- Kontrollerin kayıtları tutulmalı ve saklanmalı,
- Eğer bir incelemenin gerçekleştirilebilmesi için laboratuvarında birden fazla cihaz varsa kayıta hangi cihazın kullanıldığının belirtilmesi gerekir. (örneğin, spektrofotometre , terazi...)

Bazı cihazlar metrolojik aktivitelerin tesis edilmesini gerektirmektedir. Bu aktivite ısı, hacim ve ölçüm cihazlarının kontrolü için şarttır.

“Metroloji” terimi yunanca “**metron**” kelimesinden gelmekte olup, ölçüm bilimi anlamına gelmektedir. Temelinde bu kelime fiziksel ölçümler için kullanılmaktaydı ve buna bağlı olarak çeşitli referans standartlar benimsenmişti (hacim, uzunluk...).

Daha sonra bu ifade kimyasal fiziğe (iyonik güç, sürekli denge), kimyaya (sıvı veya gaz haldeki maddelerin katı haldeki türlerinin bileşikleri) ve biyolojiye de (bakterilerin sayısı) yayılmıştır.

Fiziki bir ölçümün izlenebilirliği (1) ve kimyasal ölçümü (2): (1) Birincisi için basit olaylar zincirine bağlıdır, (2) ikincisi için daha karmaşık olaylara bağlıdır.

Niceliksel ölçümlerde kullanılan bir cihazın performansını ve sürekli kontrolünü belirlemek için metroloji kullanılan bir süreçtir (hacimlerin, ısının belirlenmesi).

Her ölçüm belirsizliğini de belirtmelidir.

Uluslararası tanımlar aşağıdaki şekildedir:

“Kesinlilik bir ölçümün ölçme kapasitesini ölçer ve tam bir değer verir.

Belirsizlik, beklenen sonuç ile elde edilen sonuç arasındaki farktır.

Bu da güvenilirlik sapmasına tekabül etmektedir.

Tolerans, belirli bir test için kabul edilebilir sapmanın ölçülmesidir.”

Metrolojinin 10 koşulu aşağıda belirtilmiştir:

1. Ölçüm cihazlarının tespit edilmesi,
2. Bir kontrol kartının düzenlenmesi,
3. Kalibrasyon için asgari koşulların belirlenmesi,
4. Kalibrasyonun sürelerinin belirlenmesi,
5. Ulusal ve uluslararası kalibrasyon referans standartlarının belirlenmesi,
6. Çevresel koşulların belirlenmesi,
7. Cihaz ve ekipmanın kalibrasyonu (sonuçlar kontrol kartlarında),
8. Cihaz ve ekipmanın kapasitesinin garanti edilmesi,
9. Cihaz ve ekipmanın korunması ve yeniden ayar yapılmasından kaçınılması,

10. Cihaz ve ekipmanın kullanım dışı olacağı durumların belirlenmesi.

Kalibrasyon gerektiren veya kontrol gerektiren her bir cihaz için, kalibrasyonun kalibre materyal ile yapıldığı durumlarda ölçüm yapılmakta, kontroller için liste yapılmakta ve elde edilen sonuç beklenen sonuçla karşılaştırılmaktadır.

Eğer sonuç beklenen doğrultuda ise, cihaz yeniden kullanıma dahil edilir ve sonuç kontrol raporu ile cihazın dosyasında yer almalıdır.

Eğer sonuç beklenenden farklı ise, cihaz kullanım dışına alınır ve yeniden kalibre edilir veya onarıma gönderilir. Sorumlu kişi tarafından alınan karar kayıt altına alınmalı ve cihazın dosyasında saklanmalıdır. Bu durumda cihazın üzerine kullanım dışı olduğunu belli edecek bir etiket yapıştırılmalı ve uygun çalışmadığı böylece belirtilmelidir.

Metroloji sorumlusu her laboratuvarda belirlenmiş olmalı ve fiziki ölçümlere ilişkin kontrol talimatlarını vermeli (hacim, ısı, yoğunluk) ve cihazların izlenebilirliği açısından belli bir sistem ve sürecin tesisini sağlamalıdır (belirsizliklerin izlenebilirliği, cihazların kontrol kartı).

Metrolojik kalibrelere bağlı cihazlar için, kalibrasyon sertifikaları ve kontrol raporları cihazın en iyi seviyede olduğuna emin olmaya yarar.

Isı

Isıların kaydının sürekli olarak ve özellikle de etüvlerde yapılması gerekmektedir. Isı ile ilgili kesinlik belirtilmeli ve iç kalite kontrolü ve durumun kontrol altında olduğunun kanıtlanması (kayıt tutularak ve saklanarak) gerekir.

Isı kontrolünde kullanılan termometrelerin kalibrasyonu, ulusal veya uluslararası kalibrelere bağlı bir referans ile yapılmış olmalıdır.

Etüvlerdeki ısının homojenliği kayıt altına alınmalıdır. Isı kontrolü gereken titizlik ile yapılmalı ve yöntemlerinin açıklanması gerekmektedir (kim, ne, ne zaman, nasıl).

Mikrobiyolojide otoklavlar için kontroller günlük yapılmalıdır (örneğin: steril özelliğin kontrolü, basınç ve ısının kontrolü). Yılda bir kez dışarıdan bağımsız bir kuruluş tarafından kontrol yapılmalıdır.

Kütle

Teraziler kontrol edilmeli, ulusal ve uluslararası sertifikalı referans kalibre maddelerle değerlerine göre kalibre edilmelidir.

Birden fazla kontrol gerçekleştirilmelidir:

- Uluslararası sertifikalı kalibreler ile kalibrasyonun kontrolüne yönelik yıllık iç ve dış denetimler yapılır.

- Terazinin doğru çalıştığına ilişkin günlük iç kontrol yapılmalı ve kontroller kartlarda kayıt altına alınmalıdır (Ek 3).

Hacimler

Kalite el kitabında, camların özelliklerine genel olarak değinilmelidir.

Ancak, üç ayda bir mikropipetlerin kontrolü yapılmalıdır (10 tekrar). Aynı şekilde, otomatik sulandırma kullanılıyor ise, yapılan sulandırma sık sık ve düzenli olarak kontrol edilmelidir.

3.2.3. Kullanılan Malzeme ve Reaktiflere İlişkin Tavsiyeler

Reaktiflerin kalitesinin ve laboratuvar malzemelerinin iyi yönetilmesi büyük önem taşımaktadır.

Saflik önerileri satın alma özellik şartlarında belirtilmektedir ancak herhangi bir riski bertaraf etmek amacıyla, yıkama ve şişelemeye ilişkin özel tedbirlerin alınması gerekmektedir.

Şişelerin hangi yöntemle yıkandıkları incelenecek olan parametrelere göre yıkama esaslarına tabi tutulmalıdır ve bu işlem ayrıntılı bir şekilde açıklanmalıdır.

Söz konusu kontroller tüm süreç üzerinde gerçekleştirilmelidir:

- Şişelerin ve mikrobiyolojide kullanılan malzemenin sterilizasyon durumları kontrol edilmelidir,
- Kimyasal incelemeler için reaktifler, cam malzeme ve şişeler kontrol edilmelidir.

Laboratuvarın şişelerin yönetime önem vermesi gerekir. Şişelerin etkin ve en iyi şekilde yönetilmesi numune alma işleminde oluşabilecek hatalara engel olabilmektedir.

Reaktifler ve sarf malzemeleri için laboratuvarında yetkili ve sorumlu birisinin olması gerekir ve bu kişinin siparişleri idare etmesi, sevkiyatı kabul etmesi ve anılan reaktiflerin saklama sürelerini yönetmesi gerekmektedir.

Muhafaza süreleri ve ortamları da belirtilerek reaktiflerin bir listesi düzenlenmelidir.

Özellikle mikrobiyolojide, kültür ortamlarının seçimi ve hazırlanması için başka kontrollerin de yapılması gerekmektedir.

Özet olarak, reaktifler, kültür ortamları ve şişelemeye ilişkin **iki tip kontrol gerçekleştirilmektedir:**

- Kontaminasyon yokluğu için şahit (kör) kullanımı (steril, mikro kirleticiler),
- Özellikle mikrobiyolojide kültür ortamlarının hazırlanmasının ve seçilmesinin kontrolü

Kimyasal incelemeler için, kontrol kartları süreçte olan incelemenin işleyişinin iyi çalışırılığının kontrolünü sağlamaktadır.

3.2.4. Yöntem (Metod) Talimatları

Laboratuvardaki inceleme yöntemlerine ilişkin bir liste olmalıdır. Suyun sağlık açısından kontrolü için, Avrupa Direktifi son derece açıktır: Standartlaştırılmış yöntemler uygulanmaktadır.

Genelde iki tip yöntem kullanılmaktadır:

- Bir elementi inceleyen yöntemler. Bu parametreler için, farklı yöntemler kullanılabilen ve bu durumda yöntemlerin aynı sonuca vardırması gerekir;
- Bir indeksin belirlenmesine yönelik yöntemler (örneğin, tüm klasik mikrobiyoloji yöntemleri), bu durumda yöntemin kesin protokolü izlenmelidir.

TS EN ISO 17025 standardı validasyonu, laboratuvarlarda kullanılan yöntemler açısından en az aşağıdaki nedenlerden dolayı gerekli kılmaktadır:

- ❖ Doğrusallık,
- ❖ Tekrarlanabilirlik,
- ❖ Yeniden üretilebilirlik,
- ❖ Miktarla ilişkin sınırların belirlenmesi ve tespiti,
- ❖ Belirsizliğin tespiti.

Fransız XP T 90–210 ve XP T 90–220 standartları (Bkz. kaynakça), yöntemlerin nitelik açısından nasıl değerlendirilebileceklerini ve nicelik için tayin sınırlarını belirlemektedir.

Proje uluslararası standartlara göre olacak ise, ISO 13530 “Suyun kalitesi – Analitik İnceleme ve Kontrol Direktifleri”, belirsizliğin nasıl değerlendirileceğine ilişkin bilgi vermektedir.

Laboratuvarlar arasındaki karşılaştırma deneylerine katılım, belirsizliğin tespit edilmesinde ve hesaplamaların yapılmasında yardımcı olmaktadır. NIST (Ulusal Standart ve Teknoloji Enstitüsü), BCR (Topluluk Referans Bürosu) tarafından sertifikalı kalibrelerin kullanımı da doğruluğu saptama ve yöntemleri onaylamakta kullanılabilir.

Her yöntem (metod) için, sorumlu bir kişinin tespit edilmesi ve yönteme (metoda) ilişkin basitleştirilmiş talimatın yetkilendirilmiş olan bu kişi tarafından yazılması gerekmektedir (Ek 4) (Bkz. Basitleştirilmiş talimat örneği).

Talimatta yöntemin (metodun) prensibi, kapsamı, kullanılan malzeme ve kimyasallar, uygulama, hesaplamalar, ölçüm birimleri, kalite kontrolleri ve yıkama için alınması gereken önlemler belirtilmelidir.

Bu süreçte uygulanan yöntemin özelliği ve yöntemlerin toplamda nasıl yönetileceği tarif edilmelidir (kim basitleştirmiş talimatı yazacak, yöntemin özelliği nedir ve kim talimatı onaylayacak).

4. KALİTE GÜVENCESİNİN MALİYETİ

Kalite güvencesinin sağlanması laboratuvara % 20 ek maliyet getirmektedir.

Kalite güvencesinin yarattığı maliyet artışında aşağıdakiler göz önünde bulundurulmalıdır:

- ✓ Personel eğitim masrafları,
- ✓ Belgelerin yazımına ayrılan zaman,
- ✓ **Kalibrasyon** maliyetleri ve ulusal veya uluslararası kalibreler ile belgelendirme,
- ✓ Çevre şartlarında ve donanımlarda değişiklik,
- ✓ Ulusal ve uluslararası standartların satın alınması,
- ✓ Akreditasyonun maliyeti (denetim, denetçiler).

Sonuç olarak akreditasyon bir laboratuvarın sonuçlarını garanti etmektedir.

Laboratuvar numune alımı ve numune taşınmasına ilişkin kriterleri belirlemelidir. Bunun için, yıkama ve numune alma koşullarına ilişkin kalitenin yönetimi için bir sistem geliştirilmiş olmalı ve işlemlerin izlenebilirliğinin çok iyi olması gerekmektedir. İşini planlayabilmek amacıyla, numune alan kişiler ile sözleşme düzenlemelidir.

Malzeme ve cihazların tanım kartlarının bulunması ve bakım onarım bilgilerinin de eksiksiz olarak belirtilmesi gerekmektedir. Paralel bir şekilde, laboratuvarın uluslararası düzeyde kabul görmüş yöntemleri (metodları) kullanması da çok önemlidir.

Akreditasyon çok uzun bir süreçtir, ancak alındıktan sonra laboratuvarın daha iyi çalışmasına ve iyiyeye gitmesini sağlar. Personelin sorumluluk almasını teşvik eden bir sistemdir.

Düzenlenecek Dökümanların Listesi

Kalite El Kitabı

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
0	XXX-M-00-00	Kalite el kitabı özeti Kısaltmalar, tanımlar Kalite el kitabı yayınlarının listesi Organizasyonel talimatlar
4	XXX-M-04-01 XXX-M-04-02 XXX-M-04-03 XXX-M-04-04 XXX-M-04-05 XXX-M-04-06 XXX-M-04-07 XXX-M-04-08 XXX-M-04-09 XXX-M-04-10 XXX-M-04-11 XXX-M-04-12 XXX-M-04-13 XXX-M-04-14 XXX-M-04-15	Laboratuvarın organizasyonu Laboratuvarın teşkilat şeması Kalite politikası ve yönetimin taahhüdü Kalite sistemi Dökümanların hazırlanması ve kontrolü Sözleşme ve müşteriler nezdinde taahhüt Materyal ve malzemelerin alımlarının öngörülmesi ve organize edilmesi Uygunsuzluk şikâyetleri Düzeltilici faaliyetler Önleyici faaliyetler Kayıtların kontrol altında tutulması İç denetimler Yönetimin gözden geçirme çalışmaları
5	XXX-M-05-00 XXX-M-05-01 XXX-M-05-02 XXX-M-05-03 XXX-M-05-04 XXX-M-05-05 XXX-M-05-06 XXX-M-05-07 XXX-M-05-08	Teknik talimatlar Personel – İnsan kaynakları Kurulumlar ve ortam koşulları Kalibrasyon yöntemleri ve yöntemlerin doğrulanması (validasyon) Cihaz ve ekipmanlar Ölçümün izlenebilirliği Numunelerin teslim alınmasına ve numune alma işlemlerine ilişkin koşullar Deneysel sonuçların kalite güvencesi Sonuçlara ilişkin rapor

Düzenlenecek Dökümanların Listesi

Prosedürler

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
2	XXX-P-02-01	Personel yönetim prosedürü
4	XXX-P-04-01 XXX-P-04-02 XXX-P-04-03 XXX-P-04-04 XXX-P-04-05 XXX-P-04-06 XXX-P-04-07	Düzeltilici ve önleyici faaliyetler prosedürü Kalite kayıtlarının kontrolü prosedürü İç denetim prosedürü Kalite sistemi yapısını tanımlayan prosedür Sözleşme gözden geçirme prosedürü Müşteri memnuniyeti ölçme prosedürü Döküman hazırlama ve kontrol prosedürü
5	XXX-P-05-01 XXX-P-05-02 XXX-P-05-03 XXX-P-05-04 XXX-P-05-05 XXX-P-05-06 XXX-P-05-07 XXX-P-05-08 XXX-P-05-09 XXX-P-05-10 XXX-P-05-11	Personelin eğitimi ve niteliği prosedürü İade kayıtlarına ilişkin yöntem ve işleyiş Sonuç raporu formatının tanımlanması prosedürü Yöntemlerin karakterizasyonu prosedürü Standart kapsamında yer almayan yöntemlerin validasyonu prosedürü Belirsizliklerin hesaplanması prosedürü Cihaz ve ekipmanların bakımı prosedürü Materyallerin ve sarf maddelerin yönetimi prosedürü Steril özelliğın kontrol edilmesi prosedürü Yıkama koşullarının kontrol edilmesi prosedürü Numune kabul prosedürü

Düzenlenecek Dökümanların Listesi (ayrıntılı bir liste değildir)

Talimatlar

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
4	XXX-I-04-01	Personel nitelik talimatı
5	XXX-I-05-01	Terazi kontrol talimatı
	XXX-I-05-02	Derece kontrol talimatı
	XXX-I-05-03	Cam malzeme temizleme talimatı
	XXX-I-05-04	Tezgah temizleme talimatı
	XXX-I-05-05	Numune alma şişeleri temizleme talimatı

Düzenlenecek Dökümanların Listesi (ayrıntılı bir liste değildir)

Kayıtlar

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
4	XXX-E-04-01	İç denetim raporu
	XXX-E-04-02	Uygunsuzluk kayıtları
	XXX-E-04-03	Düzeltilici faaliyetlerin kayıtları
	XXX-E-04-04	Personel görev tanımı
	XXX-E-04-05	Eğitim kayıtları
	XXX-E-04-06	Eğitim planı
	XXX-E-04-07	Personel nitelik kayıtları
	XXX-E-05-01	Derecelerin kontrolü
5	XXX-E-05-02	Temizleme prosedürleri ile ilgili kayıtlar
	XXX-E-05-03	Cihaz bakım kayıtları
	XXX-E-05-04	Kontrol kartları kayıtları
	XXX-E-05-05	Numune kabul kayıtları

Ek 1

Cihaz Kartı Örneđi

	CİHAZ KARTI	N°
	CİHAZ ADI	Rev.
		Sayfa 1/1
MARKA :		MODEL :
SERİ NUMARASI		
TEDARİKÇİ ADI	TEDARİKÇİ ADRESİ	
SATIN ALMA TARİHİ	SERVİSE GİRİŞ TARİHİ	
Garanti Süresi		
YEREL :		
SORUMLU :	YEDEK	
Şirket adı		
Adres : Dosya		
S.A.V.(Videonik Ses Frekans Sistemleri):		
MALZEMENİN ÖZELLİKLERİ		
Ölçüleri :	- Genişlik:	- YükseklikYükseklik
	- Derinlik:	
Kaynak :		
Ağırlık	İtiyaçlar:	
ÖZELLİKLER		
Birim		Ölçekler
Ölçü Hücresi:		
Gözlem		

EK 2

Cihaz Takip Kartı Örneđi

<i>CİHAZ KARTI TANIMLAMA</i>			<i>No. Rev. Sayfa 1/1</i>
KALİBRASYONLAR – KONTROLLER			
TARİH	ARACI ONAY	SONUÇLAR	BİR SONRAKİ KALİBRASYON KONTROL

Ek 3

Günlük Terazi Kontrolünün Sağlanması

<u>Terazinin Günlük Takibi</u>	<u>Referans:</u>
	Sürüm No: _____ Sayfa: _____
	<u>TALİMAT</u>
Amaç:	
	KULLANIM_ÖNCESİ TERAZİNİN GÜNLÜK KONTROLÜ
UYGULAYICILAR:	
	GÜNÜN İLK KULLANICISI
BELGE VE/VEYA BİLGİ VEYA GEREKLİ MALZEME	
<u>Gerekli Bilgi veya Belge listesi:</u>	<u>Hangi belgeyle birlikte:</u>
* Terazinin Kullanım Şekli	* Terazi Yanında
* Kontrol Kartı	* Terazi Yanında
* Kütle Kontrolü	* Terazi Yanında
UYULMASI GEREKEN KOŞULLAR VE/VEYA KISITLAMALAR	
* Kullanım Öncesi, en az 30 dakika boyunca kaynağa bağlanması	
* Terazinin yataylığının kontrol edilmesi (su terazisinin)	
* Oda ısısının 15°C dereceden fazla olması	
İLETİLMESİ GEREKEN BELGELER VEYA BİLGİLER	
<u>Sorunlar:</u>	<u>Uyulması Gereken Davranış</u>
* Uymayan Değer	Terazinin üzerine "HS" (Uyumlaştırılmış Sistem) ibaresi taşıyan kırmızı bir etiket yapıştırılması
	Metroloji Yetkilisine Bilgi Verilmesi

İlgili Belgeler:	Terazi Kontrol Kartı
Tarihçe:	
Rev	Kimlik değişikliği yapılması
Rev	
Hazırlayan:Tarih:	Kontrol:Tarih: Onay:Tarih

EK 4

Basitleştirilmiş Talimatlı: mikrobiyoloji analiz yöntemi

Bağırsak enterokokları araştırılması ve sayımı. Membran filtreleme metodu.

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

LQ
Öl-
çüm
ü
0,40
0,40
0,40
0,47
0,48
0,46
0,41
0,50
0,41
0,48

<u>Uygulama alanı</u> Askıda maddelerin veya partiküllerin çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> NF EN ISO 7899-2 (Ağustos 2000)
<u>Muhafaza</u> Cam veya polietilen numune alma şişeleri	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ ısıda soğutulmuş araba veya soğuk akümülatörlü izoterm akümülatör İlk 6 saat tolerans: ortam ısı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tayin limiti</u> 0 UFC	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> UFC/100ml veya UFC/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA (GLP) UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	Bu amaçla kullanıma ayrılmış çöpkutularına atılmaları

3 İlke (Metodun/Yöntemin Prensipleri)

Daha sonra sodyum azotür ve 2,3,5-trifeniltetrazolyum klorürü ihtiva eden katı selektif ortam üzerine yerleştirilen membran filtreleme ile suyun filtrelenmesi (100/mL)

Tipik koloniler ya ortada veya koloninin tamamında kahverengi-kırmızı veya pembe bir renkle bombeleşmiştir.

Konfirmasyon 44°C ısıda önceden ısıtılmış safra, eskulin ve azotür jelozu üzerindeki bütün koloniler ile birlikte membran transferinin yapılmasıyla gerçekleştirilir.

4 Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Dilüsyon sağlayıcı

- Tuzlu peptone su: EPS (MR 15-00)

Selektif kültür ortamı

- Enterokoklar için jeloz: Slanetz ve Bartley (MR 25-00)

Konfirmatif kültür ortamı

- İki yönlü olarak eskulin ve azotüre bağlı jeloz: BEA (MR 04-00).

5 İşlem şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numunenin ardışık çevirme hareketleriyle homojenleştirilmesi;
- Membran filtre kullanma talimatı INS/LC/502 doğrultusunda numunenin 20 ve 25ml arasında membran filtreleme işleminin yapılması (numunenin yapısına göre) ve membranın bir Slanetz ve Bartley jeloz kutusunun üzerine yerleştirilmesi.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış kutular ters çevrilip 44saat ± 4saat boyunca 36°C ± 2°C ısıda inkübatöre yerleştirilmektedir.

Okuma

- Merkezde veya etrafında kırmızı, kahverengi veya pembe renkte olan bütün bombeli kolonilerin varsayılan enterokoklar olarak kabul edilmesi.

Konfirmasyon ve sayım

- Eğer tipik koloniler var ise, ikili olarak eskulin ve azotüre bağlı jeloz kutusunun üzerine penslerle tutturularak membranın çevrilmeden transfer edilmesi (1 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ısıda önceden ısıtılmış) ve 2 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ısıya konulur;
- Çevreleyen ortamda siyah bir halo'ya sahip bütün tipik kolonilerin pozitif tepkime gösterdiklerinin kabul edilmesi ve bunların bağırsak enterokokları olarak sayılması.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller "Membran filtrelemenin genel metodu" INS/LC/502 kullanma talimatında açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (UFC) sayısı olarak ifade edilir.

Sonuç aşağıdaki gibi ifade edilmektedir:

Enterokoklar	n UFC/ 250ml
n = 0	0 UFC/ 250ml
$1 < n < 100$	n UFC/ 250ml
n > 100	100 UFC/ 250ml veya dilüsyonların sonuçları

Eğer dilüsyonlar yapılmış ise, elde edilen n sayısının dilüsyon oranının tersi ile çarpılması.

Sonuçlar (okumalar, dilüsyonlar, aşılama) E/LC/500, E/LC/502 veya E/LC/508 sayılı formlarda bildirilmektedir.

8 Referans standart metoda kıyasla farklılık

Referans standart metodun şartı	Laboratuvar gerçekleştirilmesi	Doğrulama
$44^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ arası inkübasyon	$44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ arası inkübasyon	Program 100.2 spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi.

EK 5: Kalite El Kitabı İeriđi

P
L
A
N
L
A

U
Y
G
U
L
A

K
O
N
T
R
O
L

Ö
N
L
E
M
A
L

- 1- Genel (laboratuvar tanıtımı, terimler, kısaltmalar, kitabın kullanımı, amacı ve uygulama alanları)
- 2- Kalite politikası, hedef ve genel organizasyon şeması
- 3- Kalite sistemi dökümanlarının yönetimi
- 4- Personel
- 5- Yerleşim ve binalar
- 6- Alet – Ekipman
- 7- Reaktifler ve sarf malzemeleri
- 8- Analiz talimatları
- 9- Uygunsuzluklar, düzeltici ve önleyici faaliyetler
- 10- İç kontrol (i tetkik)

BİBLİOGRAFYA

Öncelikle, mevzuat ve uluslararası standardizasyona ilişkin arařtırmaların yapılması gerekmektedir.

TSE'nin (Türk Standartlar Enstitüsü) referans laboratuvarını standardizasyon çalışması ile ilgili olarak düzenli bir şekilde haberdar etmesi gerekmektedir. Eğer mümkün ise referans laboratuvar, TSE çalışma grubuna dahil edilmelidir.

Sağlık Bakanlığı ve TÜRKAK ile yapılacak düzenli bir iletişim alışverişinin gerçekleştirilmesi tavsiye edilmektedir. Diğer taraftan, Türkiye'de kullanılan zirai ilaçlar hakkında bilgi edinmek için örneğin Tarım Bakanlığı ile iletişim halinde olunmasının faydalı olacağı düşünülmektedir.

Literatür çalışmalarının aşağıda belirtilen alanlarda yapılması gerekmektedir:

- Yeni analitik yöntemler hakkında
- İçme veya ham su için gerekli parametreler hakkında (estrogenler, endokrin bölücüler, ilaçlar , ...)

1. Mevzuat Dökümanları

- Avrupa 98/83/CE Direktifi: 3'üncü1998 Tarihli Komite Yönergeleri
- 75 440 Sayılı Avrupa Direktifi: Yüzey Suyun Kalitesinin Gereklikleri İle İlgili Olarak Korulmuş Durumdaki İçme Suyunun Alımı
- Ulusal Kanunu Tanımlayan Avrupa Birliğinin N° 98/83 EC Sayılı Yönergesine İlişkin 20 Aralık 2001 Tarihli Ve 2001 -1220, Fransız Yönergesi
- Analitik Yöntemlere Ve Performanslarına İlişkin, 17 Eylül 2003 Tarihli Fransa'nın Kararı.
- İçme Suyu Ve Ham Suyun Kalitesinin Denetiminden Sorumlu Laboratuvarın Koşullarına İlişkin 24 Ocak 2005 Tarihli Anlaşma.

2. Tavsiye Edilen Standartlar

2.1. Kalite Güvencesi

- ISO 17025: Deney Ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar
- Program 100- 1 Ve 100- 2 COFRAC (Fransız Akreditasyon Kurumu)
- XP ENV 13 530: Su Kalitesi – Su Kontrol İncelemesine Yönelik Kılavuz
- XP T 90 210: Metodun Validasyonuna İlişkin Protokol (Fransız Standardize Metodu)
- XPT 90 220: Ölçümlerin Belirsizliğine İlişkin Protokol (Fransız Standardize Metodu)
- ISO 8466- Suyun Kalitesi – Kalibrasyon Ve Analitik Yöntemlerin Değerlendirilmesi Ve Performans Tahmin Ölçümlerinin İnce Ayarı Ve Değerlendirmesi
- ISO 5725: Ölçüm Yöntemlerinin Ve Sonuçlarının Güvenilirliği
- Program 100 -1 COFRAC: Suda Fizikokimyasal Parametrelerin Analizi İçin Teknik Şartlar

- Program 100 -2 COFRAC: Suda Mikrobiyolojik Parametrelerin Analizi İçin Teknik Şartlar

2.2. Numune

- ISO 5667 -1: Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 1: Su Kalitesi Numunesi: Bölüm 1, Numune Alma Teknikleri Ve Numune Alma Şekilleri Hakkında Kılavuz.
- ISO 5667- 3 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 3: Su Numunelerinin Alınması Ve Saklanmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 4 Su Kalitesi – Bölüm 4: Doğal Ve Yapma Göllerden Numune Alınmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 5 Su Kalitesi – Numune Alma -- Bölüm 5: Boru Dağıtım Sisteminden Veya İşlem Alanlarından Numune Alınmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 6 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 6: Akarsu Ve Derelerden Numune Almaya İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 11 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 11: Yerdeki Sularından Numune Almaya İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 14 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 14: Çevresel Su Numunesi Almak Ve İşleme Koymak Hakkında Çevresel Garanti Sağlama
- AFNOR FD T 90 520: Su Kalitesi – Kamu Sağlık Mevzuatına Uygunluk Açısından Teknik Numune Alma.
- Akarsudan Numune Alma – Dereden Numune Alma: Yüzey Suyunun Kalitesi. Teknik Kılavuz

2.3. Analitik Yöntemler

Mikrobiyoloji

- **TS EN ISO 19458: Su Kalitesi**– Mikrobiyolojik İnceleme İçin Numune Alımı
- **TS EN ISO 6222 Su Kalitesi** – Kültürü Yapılabilen Mikroorganizmaların Sayılması – Agarlı Besiyerine Ekim İle Koloni Sayımı
- **TS EN ISO 9308–1 Su Kalitesi** - Escherichia Coli Ve Koliform Bakterilerin Araştırılması Ve Sayımı – Bölüm 1: Membran Filtreleme Yöntemi
- **TS EN ISO 9308–3 Su Kalitesi** - Yüzey Ve Atık Sularda Escherichia Coli Ve Koliform Bakterilerin Tespit Edilme Ve Sayımı-Bölüm 3:Sıvı Ortama Ekim İle Küçültme Yöntemi (En Muhtemel Sayı)
- **TS EN ISO 7899–1 Su Kalitesi** - Yüzey Ve Atık Sularında Bağırsak Enterokoklarının Tespiti Ve Sayımı- Bölüm 1: Sıvı Besiyerine Ekim Yolu İle Küçültme Yöntem (En Muhtemel Sayı)
- **TS EN ISO 7899–2 Su Kalitesi** - Bağırsak Enterokoklarının Araştırılması Ve Sayımı - Bölüm 2: Membran Filtreleme Yöntemi.
- **TS 8020 ISO 26461–2 Su Kalitesi** - Sülfiti İndirgeyen Anaerob Bakteri (Clostridia) Sporlarının Araştırılması Ve Sayımı - Bölüm 2: Membran Filtreleme Yöntemi
- **TS EN 12780 Su Kalitesi** Membran Filtreleme Yöntemi İle Pseudomonas Aeruginosa Tayini Ve Sayımı
- **XP T 90 412 Su Kalitesi** - Membran Filtreleme Metodu İle Patojen *Staphylococci'nin* Araştırılması Ve Sayımı

- **NF T 90 455 Su Kalitesi** - Konsantrasyon Ve Sayım Metodu İle *Cryptosporidium* Ookistleri Ve *Giardia* Kistleri Tayini Ve Sayımı.
- **XP T 90 451 Suyun Test Edilmesi** - Cam Yünü Üzerinde Konsantrasyon Ve Hücreyel Kültürle Enterovirüslerin Tayin Yöntemi

Inorganik Kimyasal Parametreler

- **ISO 5813 Su Kalitesi**– İyodimetrik Metod İle Çözünmüş Oksijen Tayini
- **ISO 5814 Su Kalitesi**– Elektrokimyasal Metod İle Çözünmüş Oksijen Tayini
- **EN 27888 Suyun Kalitesi** - Elektrik İletkenliğinin Tayini
- **NF EN 1899–1 2 Su Kalitesi**– Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı,“N” Gün Sonra (Bodn)
- **ISO 5961 Su Kalitesi**– Atomik Emilim Spektrometrisi İle Kadmiyum Tayini
- **ISO 6058 Su Kalitesi**– EDTA Titrimetrik Metod İle Kalsiyum Tayini
- **ISO 6059 Su Kalitesi** – EDTA Titrimetrik Metod İle Toplam Kalsiyum Ve Magnezyum Tayini
- **ISO 6060 Su Kalitesi**– Kimyasal Oksijen İhtiyacının Belirlenmesi
- **ISO 6332 Su Kalitesi** – Spektrometrik Metod İle 1,10-Fenatrolin Kullanılarak Demir Tayini
- **ISO 6703–1 Su Kalitesi**–: Toplam Siyanür Tayini (Bölüm 1)
- **ISO 6777 Su Kalitesi**— Moleküler Absorpsiyon Spektrometrik Metod İle Nitrit Tayini
- **ISO 6878 Su Kalitesi**–Amonyum Molibdat Spektrometrik Metod İle Fosfat Tayini
- **ISO 7027 Su Kalitesi**– Bulanıklık Tayini
- **ISO 7150–1 Su Kalitesi**–Manüel Spektrometrik Metod İle Amonyumun Tayini (Bölüm 1)
- **ISO 7393–2 Su Kalitesi** – Serbest Klor Ve Toplam Klorun (Rutin Kontroller İçin) N,N-Dietil–1,4-Fenilendiamin Kullanılarak Kolorimetrik Metod İle Belirlenmesi (Bölüm 2)
- **ISO 7887 Su Kalitesi**– Rengin İncelenmesi Ve Belirlenmesi
- **ISO 7888 Su Kalitesi**– Elektrik İletkenliğinin Tayini
- **ISO 7980 Su Kalitesi**—Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Kalsiyum Ve Magnezyum Tayini
- **ISO 8288 Su Kalitesi** – Alev Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Kobalt, Nikel, Bakır, Çinko, Kadyum Ve Kurşun Tayini
- **ISO 8467 Su Kalitesi** - Permanganat İndeksinin Belirlenmesi
- **ISO 9174 Su Kalitesi**– Spektrometrik Metod İle Krom Tayini
- **ISO 9297 Su Kalitesi**–Kromat İndikatörlüğünde Gümüş Nitrat Titrasyonu İle Klor Tayini” (Mohr's Metodu)
- **ISO 9390 Su Kalitesi** - Azometin-H Kullanılarak Spektrometrik Metod İle Bromat Tayini
- **ISO 9963–1 Su Kalitesi**– Alkalinite Tayini- Bölüm 1: Toplam Alkalinite Ve Bileşiklerinin Tayini
- **ISO 9964–1 Su Kalitesi** – Sodyum Ve Potasyum Tayini- Bölüm 1: Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Sodyum Tayini
- **ISO 9964–2 Su Kalitesi** - Sodyum Ve Potasyum Tayini – Bölüm 2: Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Potasyum Tayini
- **ISO 9964–3 Su Kalitesi** - Sodyum Ve Potasyum Tayini – Bölüm 3: Alev Emisyon Spektrometrisi İle Sodyum Ve Potasyum Tayini
- **ISO 9965 Su Kalitesi** – Selenyumun Tayini – Atomik Absorpsiyon Spektrometrik Yöntem (Hidrür Tekniği)

- **ISO 10304-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Az Kirlenmiş Sular İçin Metot: Çözünmüş Flor, Klor, Nitrit, Ortofosfat, Bromat, Nitrat Ve Sülfat İyonlarının Sıvı İyon Kromatografisi İle Tayini
- **ISO 10304-4 Su Kalitesi** – Bölüm 4: Az Kirlenmiş Sularda Klor, Klorat Ve Klorid Tayini İçin Metot: Sıvı İyon Kromatografisi İle Çözünmüş Anyonların Tayini
- **ISO 10359-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Az Kirlenmiş Ve İçilebilir Sularda Florür Tayini İçin Elektrokimyasal Metod
- **ISO 10523 Su Kalitesi** – Ph Tayini
- **ISO 11732 Su Kalitesi** - Spektrometri Ve Akış Analizörü Metodu İle (CFA Ve FIA) Amonyum Nitrojenin Tayini
- **ISO 11885 Su Kalitesi** – İnduktif Olarak Eşleştirilmiş Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES)
- **ISO 11923 Su Kalitesi** – Cam Ve Doku Filtreleri İle Askıdaki Katıların Tayini
- **ISO 11969 Su Kalitesi** – Atomik Absorbsiyon Spektrometrisi İle (Hidrür Tekniği) Arsenik Tayini
- **ISO 12020 Su Kalitesi** – Atomik Absorbsiyon Spektrometrisi İle Alüminyum Tayini
- **ISO 13395 Su Kalitesi** – Akış Analizörü (CFA Ve FIA) Ve Spektrometrik Metot İle Nitrit, Nitrojen Ve Nitrat Ve Toplamlarının Tayini
- **ISO 14403 Su Kalitesi** – Toplam Siyanür Ve Serbest Siyanürün Sürekli Akım Analizleri İle Belirlenmesi
- **ISO 14911 Su Kalitesi** – İyon Kromatografisi Kullanarak Çözünmüş Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} Ların Tayini – Su Ve Atık Su İçin Metot İle Çözünmüş Bromat Tayini
- **ISO 15586 Su Kalitesi** – Atomik Absorbsiyon Ve Grafit Fırınlı Atomik Absorbsiyon Spektrometrisi İle İz Elementlerin Belirlenmesi
- **ISO 15681-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Akım Enjeksiyon Analizi (FIA), Akım Analizi (FIA Ve CFA) Metodu İle Ortofosfat Ve Toplam Fosfat Tayini
- **ISO 15681-2 Su Kalitesi** - Akış Analizörü İle (FIA Ve CFA) Ortofosfat Ve Toplam Fosfat Tayini - Bölüm 2: Sürekli Akım Analiz Metodu (CFA)
- **ISO 15682 Su Kalitesi** – Fotometrik Veya Potansiyometrik Ve Akış Analizörü (CFA Ve FIA) İle Klorit Tayini
- **ISO 16264 Su Kalitesi** – Akış Analizörü (FIA Ve CFA) Ve Fotometrik Metot İle Çözülebilir Silikat Tayini
- **ISO 17294 Su Kalitesi** – İnduktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektroskopisi (ICP-MS) Uygulanması
- **ISO 17852 Su Kalitesi** – Atomik Floresan Spektrometrisi İle Civa Tayini
- **ISO 22743 Su Kalitesi** – Sürekli Akış Analizörü İle (CFA) Sülfat Tayini
- **ISO CD 23914 – 2: Su Kalitesi** – Hidrit- Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (HG AAS) İle Antimon Tayini
- **NF EN 25663** – Selenyum İle Mineralizasyon Sonrası Metot İle Kjeldahl Azotu Tayini
- **NF EN 1622- Su Kalitesi**. Sınır Koku Seviyesinin Sayısal Tespiti (TON) Ve Sınır Tat Seviyesinin Sayısal İfadesi (TFN)

Organik Kimyasal Parametreler

- **ISO 6439 Su Kalitesi** – Distilasyon Sonrasında Amino-Antipirin Spectrometri Metodu İle Fenol Endeksinin Tayini

- **ISO 6468 Su Kalitesi** – Likit Ekstraksiyonu Ve Gaz Kromatografisi Metodu İle Bazı Organoklorin İlaçlamanın, Poliklorinellenmiş Bifenillerin Ve Klorobenzenlerin Tayini
- **ISO 7875–1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Mavi Endeks Metilenin (MBAS) Ölçümü İle Aniyonik Sürfaktan Tayini
- **ISO 8245 Su Kalitesi** – Toplam Organik Karbon (TOC) Ve Çözünmüş Organik Karbon Seviyesinin Tayini
- **ISO 9377–2 Su Kalitesi** — Bölüm 2: Gaz Kromatografisi Ve Çözücü Kullanılarak Gerçekleştirilen Metot İle Hidrokarbon Yağ Endeksinin Tayini
- **ISO 10301 Su Kalitesi** — Gaz Kromatografisi Metodu İle Yüksek Seviyede Uçucu Holojen Hidro Karbonların Tayini
- **ISO 10695 Su Kalitesi** - Gaz Kromatografisi Metodu İle Seçilmiş Bazı Organik Nitrojen Ve Fosfor Bileşenlerinin Tayini
- **ISO 11369 Su Kalitesi** - Yüksek Düzeyde Likit Kromatografi Kullanan Ve UV Detektörü Metodu İle Seçilmiş Bazı Bitkisel Ajanların Tayini
- **ISO 11423–1 Su Kalitesi** — Bölüm 1: Kafa- Alanlı Gaz Kromatografisi İle Benzen Ve Türevlerinin Tayini
- **ISO 11423–2 Su Kalitesi** – Bölüm 2: Ekstraksiyon Ve Gaz Kromatografisi Metodu İle Benzen Ve Türevlerinin Tayini
- **ISO 15680 Su Kalitesi** - Gaz Kromatografisi Ve Termal Temizleme Ve Hapsetme Metodu İle Bazı Tek Dönemli Aromatik Hidrokarbonların, Naftalinin Ve Çeşitli Klorinli Bileşimlerin Tayini.
- **ISO 15913 Su Kalitesi** – Katı Ekstraksiyonu Ve Türevleştirmeden Sonar Gaz-Kromatografi Ve Spektrometri Metodu İle Bazı Fenoksi-Alkanoik Herbisitlerin, Betazon Ve Hidroksi-Benzo-Nitriller Dahil Edilerek Tayin Edilmesi
- **ISO 17993 Su Kalitesi** – Likit Ekstraksiyon Ve Floresan İle PLC Tespitinden Sonra 15 Polikrillik Aromatic Hidrokarbon (PAH) Tayini
- **ISO 20179 Su Kalitesi** – Mikrosistin Tayini – Katı Ekstraksiyonu Metodu (SPE) Ve Ultraviolet (UV) Yüksek Performanslı Sıvı Kromatografi (HPLC)
- **EN 12918: Su Kalitesi**: Diklormetan Ekstraksiyonu Ve Gaz Kromatografi Analizi İle Paratyon, Paratyon Metil Ve Bazı Organofosfor Bileşiklerinin Tayini
- **EN 14207: Su Kalitesi** – Epikloridin Tayini

II – Kaynakçanın İşlenmesi

1 Oluşum Aşamasında

- Oluşum sırasında, kullanılan her bir yöntem için, ISO kaynaklarının referansları ve mevcut ise Türkçe yazılar saklanacaktır.

Aynı şekilde, konu olan her alan hakkında (numune alma, taşıma, kalite metodu ...), ilintili olan ve danışılmasının gerekli olacak belgelerin belirtilmesi gerekmektedir.

2 El Kitabı Aşamasında

- Düşünülen sektör her ne olursa olsun (biyoloji, mikrobiyoloji, organik kimya, inorganik kimya, ...), dört bölümden oluşan el kitabında tüm kaynakça referanslarına yer verilmektedir.

- Bölüm 1: Numune Alma ve Taşıma
- Bölüm 2: Mikrobiyolojik Yöntemler
 - **Kısım 1: Klasik Parametreler**

(*E.coli*, enterokok, *C.perfringens*, *P.aeruginosa*, patojen stafilokoklar, 22° C ve 36° C ısıda canlanan anaerobik tohumlar ...)
 - **Kısım 2: Yeni: Parametreler**

(*Cryptosporidium – giardia*, protozoerler, kabuklular...)
 - **Kısım 3: Diğer Parametreler**

(*legionella* ve virüs)
- Bölüm 3: Kimyasal Yöntemler
 - Kısım 1: Genel Parametreler
(...)
 - Kısım 2: Organik Olmayan (İnorganik) Parametreler
(...)
 - Kısım 3: Organik Parametreler
(...)
- Bölüm 4: Kalitede İzlenecek Yöntem

Text prepared in April 2008 by the Twinning team. These documents have been produced with the financial assistance of the European Union. The contents of these documents are the sole responsibility of International Office of Water (IOW) and can under no circumstances be regarded as a reflecting the position of the European Union.

Metin Nisan 2008 tarihinde Eşleştirme ekibince hazırlanmıştır. Bu dokümanlar Avrupa Birliğinin mali yardımı ile geliştirilmiştir. Bu dokümanların içeriği sadece Uluslararası Su Ofisi sorumluluğundadır ve hiçbir şekilde Avrupa Birliği'nin konumunu yansıtmamaktadır

